

Direkte Erzeugung von optischen Wellenleitern und Bragg-Gitter-Sensoren in Silikatglas- Substraten mit ultrakurzen Laserpulsen und deren Anwendungen

Dissertation

Zur Erlangung des
Doktorgrades der Naturwissenschaften

Vorgelegt von

Markus Alexander Franz Thiel
aus Kirchheim unter Teck

Genehmigt von der

Fakultät für Natur- und Materialwissenschaften
der Technischen Universität Clausthal

Tag der mündlichen Prüfung

07.05.2018

Vorsitzender der Promotionskommission: Prof. Dr. Diethelm Johannsmann

Hauptberichterstatter: Prof. Dr. Wolfgang Schade

Mitberichterstatter: Prof. Dr. Joachim Deubener

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
2	Grundlagen	5
2.1	Optisch transparente Silikatgläser	5
2.2	Änderung der Brechzahl durch ultrakurze Laserpulse	8
2.2.1	Wechselwirkungsprozesse der Laserpulse mit Glasmaterialien	9
2.2.1.1	Nichtlineare Photoionisation	9
2.2.1.2	Lineare Photoionisation: Lawinenionisation	10
2.2.2	Photoinduzierte Defekte und Neuordnung des Silikat-Netzwerkverbunds ...	12
2.2.2.1	Elektron-Loch-Paare (Exzitonen)	12
2.2.2.2	Defekte durch Sauerstoff-Mangel	13
2.2.2.3	Neutral-geladene Sauerstoff-Fehlstellen durch Sauerstoff-Überschuss	15
2.2.2.4	Neuordnung des Silikat-Netzwerkverbunds	16
2.2.2.5	Verdichtung der Glasmatrix durch Druckwellen und Bildung von Mikrohohlräumen	17
2.2.2.6	Nanostrukturen in Quarzglas	18
2.2.3	Thermische Prozesse: Wärmeakkumulierung	19
2.3	Herstellungstechniken zur Erzeugung von Wellenleitern	21
2.3.1	Typ-I: Bildung von Wellenleiter im Bereich des Laserfokus	21
2.3.2	Typ-II: Stress-Induzierte-Wellenleiter	24
2.3.3	Typ-III: Konstruktion einer Mantelstruktur	27
2.3.4	Typ-IV: Ablatierte Rippen-Wellenleiter	28
3	Experimenteller Aufbau, Herstellungs-verfahren und Analysemethoden	29
3.1	Lasersystem und Laserpulsdiagnostik	30
3.2	Laser-Schreibstand	34
3.3	Experimenteller Aufbau für die Laser-Materialbearbeitung	35
3.3.1	Probenhalterung am Schreibstand	35
3.4	Proben-Präparation und Faserankopplung	37
3.4.1	Präparation der Glas-Proben	37
3.4.2	Faserankopplung	37
3.4.3	Fixierung der Glasfasern mit den Proben	39
3.5	Analyse der Wellenleiter und Bragg-Gitter-Strukturen	41
3.5.1	Mikroskopische Analyse der Strukturen	41
3.5.2	Dämpfungsbestimmung von integrierten Wellenleitern	41
3.5.3	Optische Verluste in gekrümmten Wellenleitern	43
3.5.4	Bestimmung des Brechzahlkontrasts zwischen Wellenleiter und Substrat ...	44
3.5.5	Analyse der Bragg-Gitter-Reflektivität und Bragg-Gitter-Effizienz	47
3.5.6	Auslesen eines optischen Spektrums durch Verwendung eines Interrogators	48

3.5.7	Polarisationsmoden-Dispersion in Glasfasern und deren Einfluss auf eine Bragg-Gitter-Reflexion.....	49
3.5.8	Vermeidung von Polarisationsmoden-Dispersion.....	51
4	Femtosekunden-Laser-induzierte Brechzahländerung in Glas	53
4.1	Wellenleiter und Bragg-Gitter in Quarzglas.....	53
4.1.1	Herstellung singulärer Wellenleiter mit fs-Laserpulsen bei $\lambda = 800$ nm	53
4.1.2	Brechzahländerungen mit einer fs-Laser-Wellenlänge von $\lambda = 1300$ nm	54
4.1.2.1	Versuchsergebnisse bei Wellenlänge von $\lambda = 1300$ nm in Quarzglas	55
4.1.2.2	Diskussion der erzeugten Strukturen (Quarzglas).....	56
4.1.3	Typ I-Wellenleiterbündel in Quarzglas	57
4.1.4	Bragg-Gitter-Wellenleiter (BGW)	59
4.1.4.1	BGW in Quarzglas.....	59
4.1.4.2	Thermische Stabilität der BGW.....	63
4.2	Wellenleiter in ausgewählten silikatischen Gläsern und weiteren Materialien...64	
4.2.1	Typ-I Wellenleiter in AF32-Ultradünnglas.....	64
4.2.1.1	Motivation (AF32)	64
4.2.1.2	Experiment-Durchführung und Ergebnisse (AF32).....	65
4.2.2	Typ-II-Wellenleiter in porösen Glasmembranen	66
4.2.2.1	Motivation (poröse Glasmembranen)	67
4.2.2.2	Experiment-Durchführung und Ergebnisse (poröse Glasmembranen).....	67
4.2.3	Typ-II-Wellenleiter in Borosilikatglas	69
4.2.3.1	Motivation (Borosilikatglas)	69
4.2.3.2	Experiment-Durchführung und Ergebnisse (Borosilikatglas).....	70
4.2.4	Typ-III-Wellenleiter in Strontiumtitanat.....	72
4.2.4.1	Motivation (Strontiumtitanat)	72
4.2.4.2	Experiment-Durchführung und -Ergebnisse (Strontiumtitanat).....	72
5	Anwendungen	75
5.1	Optische Koppler	75
5.2	Integriertes Interferometer für die photoakustische Sensorik.....	78
5.2.1	Hintergrund: Optisches Auslesen einer photoakustischen Stimmgabel.....	78
5.2.2	Integration in einen Quarzglas-Chip	79
5.3	Optische Dünnglas-Siegel.....	81
5.3.1	Hintergrund	81
5.3.2	Wellenleiter und Bragg-Gitter in ultradünnem Glas.....	82
5.3.3	Optisches Design der Siegel und der Signatur	83
5.3.4	Optisches Auslesesystem für optische Siegel.....	84
5.3.5	Umweltbedingungen und Bewertung der Signatur.....	85
5.3.6	Integration optischer Siegel auf einer Leiterplatte.....	87
5.3.7	Angriffsszenarien.....	89
5.3.8	Bohr-Angriff und seitliches Eindringen	90
5.3.9	Austausch des Siegels.....	91
5.3.10	Thermische Einflüsse auf das optische Siegel.....	96

5.3.11 Schlussfolgerungen: optische Siegel	99
6 Zusammenfassung	101
Literaturverzeichnis	105
Eidesstattliche Erklärung	113
Danksagung.....	115

1 Einleitung

Ein wichtiger technologischer Meilenstein in den 1990er Jahren ist die Entwicklung von Titan-Saphir-Festkörperlasern, der es ermöglichte ultrakurze Lichtpulse mit einer Dauer von unter 100 Femtosekunden (fs) zu erzeugen. Diese Neuerung war der Beginn für das Forschungsfeld der Ultrakurzpuls-Materialbearbeitung und Ultrakurzpuls-Spektroskopie.

Mit Hilfe dieser Laser gelang es 1996 erstmals Hirao et al. [1] Brechzahländerungen in einem optisch transparenten Material zu erzeugen. Indem eine Probe durch den Fokus des Lasers hindurch bewegt wurde, entstanden innerhalb des Materials „beschädigte Strukturen“, die als Wellenleiter genutzt werden konnten. Es folgten viele Arbeiten, in welchen diese Technologie für die Herstellung von kompakten optischen Komponenten verwendet wurde. Von besonderem Interesse war das Einbringen von Wellenleitern in transparenten Materialien vor allem für die Herstellung von optischen Komponenten wie Splitter, gerichtete Koppler und faseroptische Anwendungen im Bereich der Telekommunikation.

2004 gelang Martinez et al. [2] erstmals das direkte Einschreiben von Bragg-Gittern in Glasfasern (FBG) mit Hilfe ultrakurzer Lichtpulse. Dies war ein wichtiger technologischer Schritt für die Entwicklung von Wellenleiter-basierten sensorischen Anwendungen.

Zwei Jahre später wurden in der Arbeitsgruppe um Withford [3] mit Hilfe von fs-Laserpulsen sowohl Wellenleiter als auch Bragg-Gitter in Glas-Volumenmaterial erzeugt, allerdings war die Reflektivität der Gitter-Strukturen noch sehr gering. Etwa zeitgleich gelang es Mitarbeitern von Herman [4,5] Wellenleiter mit Bragg-Gitter-Strukturen in einer höheren Qualität mit Hilfe eines hochrepetierenden fs-Lasers herzustellen.

Die bisherigen Technologien für die Herstellung von Bragg-Gitter-Wellenleiter erweisen sich jedoch als wenig flexibel in Bezug auf das Wellenleiterdesign, da die Gitterordnung und der Wellenleiterdurchmesser nicht unabhängig voneinander eingestellt werden können. Diese Einschränkung wurde durch die Entwicklung eines neuartigen Einschreibverfahrens im Rahmen dieser Arbeit behoben und eröffnet dadurch eine Vielzahl von Anwendungen in Zusammenhang mit einer miniaturisierten Optik und Sensorik. Diese Methode wurde bei verschiedenen optisch transparenten Silikatglas-Materialien und kristallinen Materialien getestet und optimiert. Wie sich herausstellte, ist das Verfahren für die unterschiedlichen Materialien individuell anzupassen.

Die verwendeten Materialien waren Quarzglas, Aluminium-Borosilikat, poröses Alkaliborosilikatglas, Borosilikatglas und kristallines Strontiumtitanat. Außer Quarzglas und AF32 zeigten alle anderen untersuchten Materialien bei fs-Laserbestrahlung eine negative Brechzahländerung. Dies bedeutet, dass andere Wellenleitertypen entwickelt werden mussten, um eine Lichtleitung zu erzeugen.

Bei porösem Alkaliborosilikat und Borosilikat basiert das fs-Laserschreibverfahren auf sogenannten stressinduzierten Wellenleitern (Typ-II) wie in Kapitel 2.3.2 be-

schrieben. Für diesen Wellenleiter-Typ wurde in dieser Arbeit ein neuartiges Design für die Stresselemente entwickelt. Die Wellenleitung erfolgt dabei indirekt in einem lateralen stressinduzierten Bereich, neben der vom fs-Laser-bearbeiteten Struktur (Kapitel 4.2.2 und 4.2.3). Weiterhin wurden auch Wellenleiter durch das Einbringen einer Mantelstruktur mit einem erniedrigten Brechungsindex (Typ-III) in kristallinem Strontiumtitanat erzeugt. Hiermit gelingt es, nach aktuellem Kenntnisstand, erstmals Wellenleiter in dieses Hochtemperatur-stabile Material einzubringen (Kapitel 4.2.4). Wellenleiter in Kombination mit Bragg-Gittern konnten ausschließlich in Quarzglas und AF32 erzeugt werden.

In Kapitel 5 werden mehrere Anwendungen vorgestellt, welche alle auf durch Wellenleiter oder Bragg-Gitter-Wellenleiter funktionalisierten Materialien basieren. In einer photoakustischen Anwendung wurde ein optisches Interferometer gemeinsam mit einer Mikrostimmgabel in einem Quarzglas-Chip integriert, um die mechanische Schwingung der Stimmgabel optisch auszulesen. Hierdurch wurde ein für Quarz-Mikrostimmgabeln übliches elektrisches Auslesen ersetzt.

Zunächst wurden mit Hilfe von Wellenleitern Kopplerelemente entwickelt, die wiederum als Basiskomponenten für ein miniaturisiertes Interferometer verwendet wurden (Kapitel 5.2). Im Speziellen wurde ein Michelson-Interferometer in einen Quarzglas-Chip integriert, wobei erstmals ein durch fs-Laser-Einschreibetechnik integriertes Interferometer genutzt wurde, um eine Mikrostimmgabel optisch auszulesen. Durch die Funktionalisierung des Quarzchips zur optischen Detektion einer mechanischen Schwingung gelang es somit einen neuartigen und besonders kleinen Gas-Sensor aus einem einzelnen Quarz-Chip zu herzustellen.

Die Anwendung „optisches Dünnglas-Siegel“ (Kapitel 5.3) diente der Entwicklung eines optischen Sicherheitssystems für den Einsatz innerhalb eines Satelliten. Im Detail wurden optische Siegel entwickelt, um bis zum Start des Satelliten durch eine einfache optische Messung zu erkennen, ob an elektronischen Bauteilen für die Verschlüsselung der Satelliten-Kommunikation eine nicht-autorisierte Manipulation vorgenommen wurde. Für diese Aufgabe wurde erstmals eine transparente Ultradünnglasfolie durch das Einbringen von Wellenleitern und Bragg-Gittern funktionalisiert. Das Reflexionssignal der Bragg-Gitter weist hierbei eine individuelle optische Signatur auf, welche durch Wellenlängenpositionen, Amplitudenverhältnisse und spektrale Linienprofile charakterisiert ist. Weiterhin wurde eine Manipulationserkennung durch die Entwicklung eines optischen Auslesesystems (Interrogator) realisiert.

Um die Anforderungen verschiedener Angriffsszenarien zu erfüllen, wurden umfangreiche Sicherheitsuntersuchungen an dem optischen Siegel durchgeführt. Es wurde gezeigt, dass eine Manipulation an dem Siegel einfach zu erkennen ist und eine Kopie eines Siegels aufgrund der individuellen Merkmale der optischen Signatur nicht möglich ist. Hiermit wurde erstmals ein neuartiges funktionalisiertes Ultradünnglas als Siegel verwendet, welches für Anwendungen mit anspruchsvollen Sicherheitsanforderungen eingesetzt werden kann.

Zusammenfassend konnte demonstriert werden, dass mit dem fs-Laserschreibverfahren eine neuartige Funktionalisierung in verschiedenen optischen transparen-

ten Materialien ermöglicht wird. Diese gestattet einen vielfältigen Einsatz für sensorische Anwendungen in der Forschung und Industrie und eignet sich, wie gezeigt wurde, insbesondere für die Miniaturisierung von optischen Sensorik-Komponenten.

2 Grundlagen

2.1 Optisch transparente Silikatgläser

Silikate

Silikate sind Materialien, die mit über 90 Volumenprozent den stofflichen Aufbau der Erde dominieren [6]. Der charakteristische Bestandteil dieser Stoffgruppe ist SiO_2 , wobei das Silizium stets von vier Sauerstoffatomen in einer tetraedrischen Anordnung umgeben ist [6]. Eine besondere Rolle kommt dem Sauerstoffatom zu, da dieses die Brücken zu den benachbarten SiO_4 -Tetraedern bildet [7]. Die dreidimensionale Matrix von reinem Quarzglas, ist aus kovalent gebundenen SiO_4 -Tetraedern aufgebaut (Abbildung 2.1) [8]. Wie in Kapitel 2.2.2 beschrieben, können diese Bindungen durch Defektbildung teilweise aufgetrennt werden.

Eigenschaften von Gläsern

Gläser sind amorphe Festkörper. Das bedeutet, dass nur eine Ordnung gegenüber den unmittelbar angrenzenden Atomen (oder Molekülen), eine sogenannte Nahordnung, vorliegt. Dies betrifft hauptsächlich die Bindungslängen und -winkel gegenüber den nächsten Nachbarn wie beispielsweise zwischen Silizium und Sauerstoff bei SiO_2 . Eine periodische Anordnung von Molekülen und Atomen über viele Atomabstände hinweg wird mit der sogenannten Fernordnung beschrieben, welche in Kristallen besteht [9]. Dies äußert sich beispielsweise darin, dass Gläser im Gegensatz zu Kristallen keine Vorzugsrichtung bezüglich ihrer Bruchfläche aufweisen [10].

Die Entstehung einer glasartigen Struktur ist stark abhängig von der Abkühlrate. Insbesondere viele optisch transparente Gläser zeichnen sich beispielsweise, im Vergleich zu Metallen, durch eine relativ niedrige Kristallisationsgeschwindigkeit aus. Ist die Abkühlrate höher als die Kristallisationsgeschwindigkeit, so wird eine Kristallisation unterdrückt und die Viskosität der Schmelze steigt kontinuierlich an, bis diese Werte von Festkörpern erreicht [11]. Man spricht dann von einer unterkühlten Flüssigkeit, die thermodynamisch metastabil ist, da sie gegenüber einem kristallinen Zustand eine höhere innere Energie aufweist [12]. Gläser haben keinen definierten Schmelzpunkt sondern erweichen sukzessiv bei Erwärmung. Die amorphe Struktur von Glas hat außerdem aufgrund der fehlenden Fernordnung im Gegensatz zu fast allen kristallinen Materialien unter Abwesenheit von äußeren Kräften oder inneren Spannungen ausnahmslos physikalisch isotrope Eigenschaften [10–12].

Silikatische Gläser, die in dieser Arbeit verwendet wurden

In vielen silikatischen Gläsern wie dem in dieser Arbeit verwendeten Aluminium-Borosilikat (*AF32, Schott AG*) und Borosilikat (*Borofloat33, Schott AG*), wird das SiO_2 teilweise durch Oxide anderer Elemente substituiert. Beim Einbau dieser Oxide werden die Si-O-Si-Brücken teilweise getrennt, was zu einer Absenkung des Erweichungspunktes von $t = 1500^\circ\text{C}$ bei Quarzglas auf $t = 400^\circ\text{C}$ bis 800°C bei technischen Silikatgläsern führt [12]. Ein Zusatz von B_2O_3 führt zu Borosilikat und erhöht die chemische Resistenz und Festigkeit. Borosilikate können einen Wärmeausdeh-

nungskoeffizient aufweisen, der ähnlich dem von kristallinem Silizium ($3 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$) ist. Hierdurch können diese Werkstoffe mit Silizium anodisch gebondet werden, was bei Quarzglas hingegen nicht möglich ist.

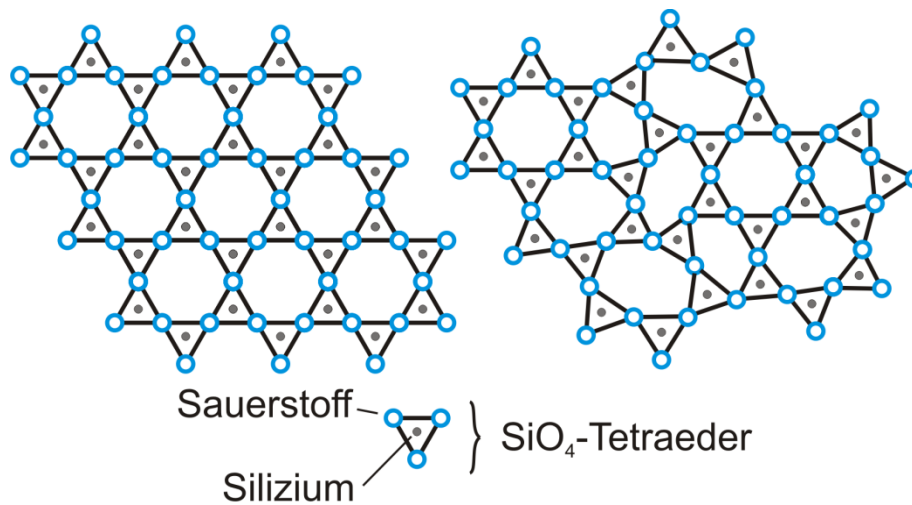


Abbildung 2.1 Links: Schematische 2D-Darstellung der Anordnung von SiO_4 -Tetradern von kristallinem Quarz. Rechts: Die amorphe Struktur beinhaltet SiO_4 -Tetraeder-Ringe verschiedener Größen. Nach [12].

Beeinflussung des Brechungsindex durch Abkühlraten

Die Strukturen von Gläsern gleicher chemischer Zusammensetzung können sehr unterschiedlich sein und sind insbesondere durch deren thermische Vorgeschichte, der Abkühlrate während des Herstellungsprozesses geprägt.

Generell hängt das Erscheinen eines Materials als Flüssigkeit oder Glas von dem Verhältnis zwischen der zeitlichen Dimension der Flüssigkeitsbewegung (Relaxationszeit) und der zeitlichen Dimension der Beobachtung (charakteristische Zeit) ab [13]. Dieses Verhältnis bietet hierbei die Möglichkeit der Unterscheidung von Flüssigkeit und Glas. Ist die Relaxationszeit viel größer als die charakteristische Zeit, so erscheint das Material in Glaszustand. In diesem Fall erscheint das Material aus der Perspektive des Beobachters fest [13].

Beim Abkühlen einer Schmelze entsteht zunächst eine unterkühlte Flüssigkeit. Wird bei weiterer Abkühlung die Temperatur erreicht, bei der die Relaxationszeit des Materials gleich der charakteristischen Zeit ist, so ist der Glasübergang (T_G) erreicht, bei dem das System aus dem (metastabilen) Gleichgewicht fällt (Abbildung 2.2). Ab dieser Temperatur entsteht eine Änderung der linearen Abhängigkeit des Volumens (Enthalpie) und der Temperatur.

Bei einer Verlangsamung der Abkühlrate sinkt die Glasübergangstemperatur und entsprechend auch der Verlauf der Enthalpie und des Volumens (rote gestrichelte Linie, Abbildung 2.2).

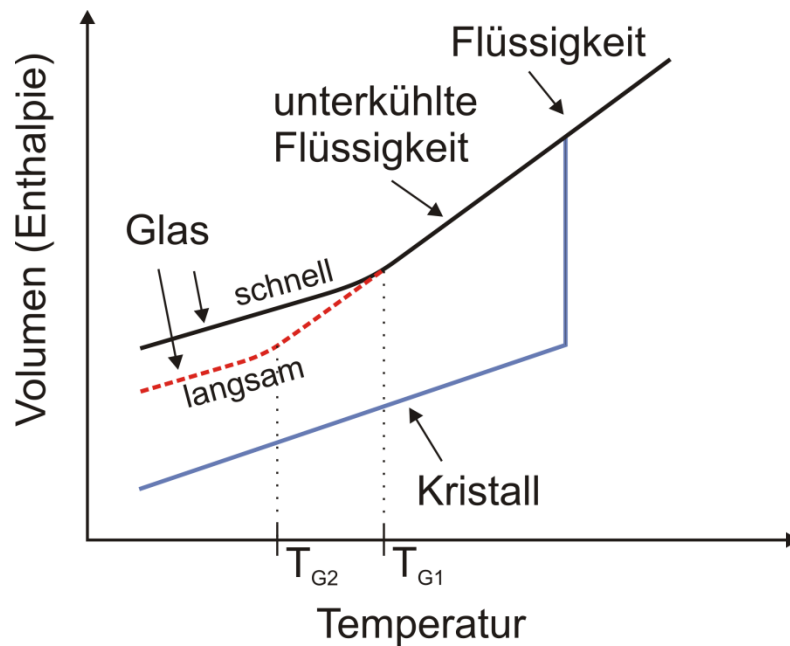


Abbildung 2.2 Volumen- und Enthalpieänderung beim Abkühlen einer Flüssigkeit (Schmelze). Die schwarze Linie folgt einer schnellen Abkühlrate, die rote gestrichelte Linie folgt einer langsamen Abkühlrate. Die Glasübergangstemperatur T_{G1} verschiebt sich dabei zu T_{G2} . Nach [8].

Brechzahl und Glasübergangstemperatur

Bei Messungen des Brechzahlverhaltens der meisten silikatischen Gläser in Abhängigkeit von der Abkühlrate des Glases wurde gezeigt, dass die Brechzahl bei höheren Abkühlgeschwindigkeiten sinkt [14]. Im Gegensatz dazu zeigt Quarzglas ein anderes Verhalten: Bei Temperaturen in einem Bereich von $t = 1000$ bis 1500°C steigt die Brechzahl mit steigender Abkühlrate. Dies zeigt, dass auch der Herstellungsprozess die Brechzahl des Glases beeinflussen kann.

Nach aktuellem Kenntnisstand ist jedoch nicht bekannt, dass die Herstellung von Wellenleitern durch eine Veränderung der Abkühlrate und einer damit einhergehenden Brechzahländerung, beispielsweise durch gezieltes Aufschmelzen mit Dauerstrich-Lasern („continuous wave“, CW), möglich ist.

Glas-Typ	Brechungsindex n
Quarzglas (<i>Suprasil 1, Heraeus Quarzglas GmbH & Co. KG</i>)	1,4533
Alumoborosilikat (<i>AF32, Schott AG</i>)	1,5054
Borosilikatglas (<i>Borofloat 33, Schott AG</i>)	1,4661
Strontiumtitanat (<i>SrTiO₃</i>)	2,3422

Tabelle 2.1 Brechungsindizes verschiedener Glas-Typen bei $t = 20^\circ\text{C}$, $p = 1$ bar und $\lambda = 800$ nm, [15,16].

2.2 Änderung der Brechzahl durch ultrakurze Laserpulse

Im folgenden Kapitel werden die ursächlichen physikalischen Phänomene detailliert betrachtet, die innerhalb der silikatischen Materialmatrix durch die Interaktion der Laserstrahlung mit der Materie zu einer Strukturänderung des Material-Netzwerks führen [17]. In Abbildung 2.3 wird diesbezüglich eine Übersicht der physikalischen Prozesse und deren Zeitskalen gezeigt und erläutert.

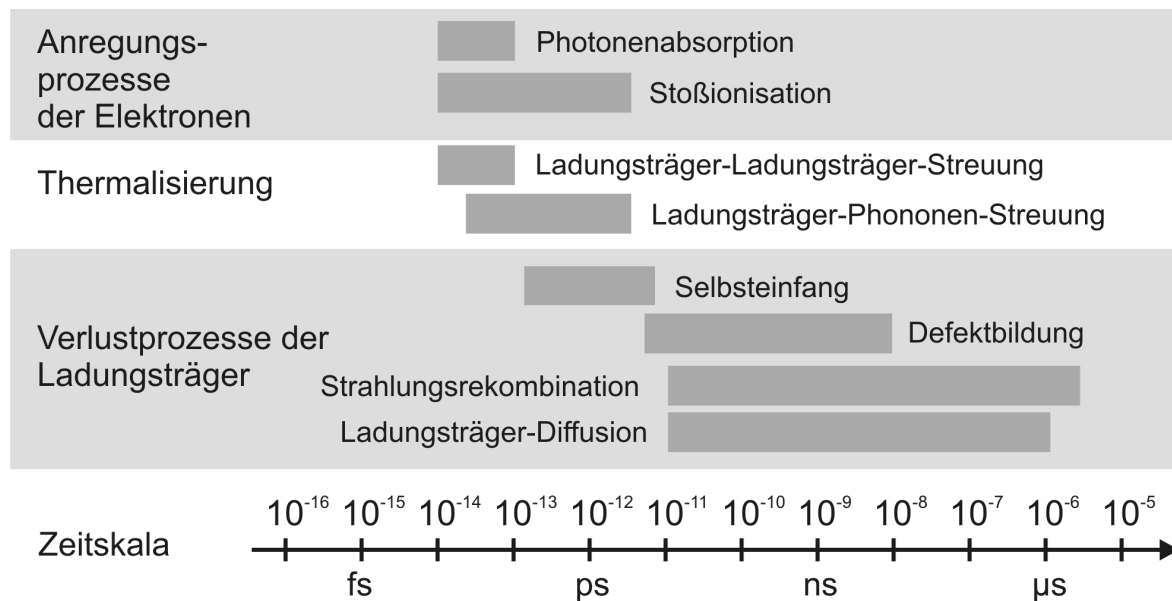


Abbildung 2.3 Physikalische Prozesse während und nach einer Laser-Material-Interaktion: Zunächst findet durch fokussierte fs-Laserpulse eine elektronische Anregung statt. Als Folge werden freie Ladungsträger (Elektronen) und Löcher gebildet. Während und nach einer Thermalisierung erfolgt der Selbsteinfang der Elektronen, der zur Bildung von selbstgefangenen Exzitonen und Defekten führt [17]. Im gleichen Zeitraum der Defektbildung findet wahrscheinlich auch eine Neuordnung des Material-Netzwerks statt. Defektbildung und Neuordnung der Materialmatrix sind vermutlich Ursachen für die Entstehung von Materialverdichtung, Mikrohohlräumen und Nanostrukturen (Kapitel 2.2.2.5 und 2.2.2.6). Die in der Abbildung nicht aufgeführte thermische Diffusion und Wiedererstarrung sind relativ langsame Prozesse (ns bis μ s) und in ihrer zeitlicher Dimension nicht relevant für die Materialinteraktion mit ultrakurzen Laserpulsen. Allerdings kann eine Aufschmelzung des Materials durch Wärmeakkumulation und hoher Laser-Repetitionsraten erfolgen (Kapitel 2.2.3). Abbildung modifiziert nach [17,18].

2.2.1 Wechselwirkungsprozesse der Laserpulse mit Glasmaterialien

2.2.1.1 Nichtlineare Photoionisation

Für eine Bearbeitung von optisch transparenten Materialien mit Laserstrahlung ist es erforderlich, dass die Energie des Laserlichtes in das Volumen des Materials eingebracht wird. Um dabei eine Absorption des Lichtes zu erreichen, müssen einzelne Elektronen des Valenzbandes die Bandlücke zum Leitungsband überschreiten.

Bei Quarzglas beträgt die Bandlücke $E = 7,5 \text{ eV}$ bis $8,5 \text{ eV}$ [19,20]. Die Laser-Photonenenergie bei $\lambda = 800 \text{ nm}$ beträgt jedoch nur $E = 1,55 \text{ eV}$, weshalb eine lineare Absorption einzelner Photonen nicht möglich ist [20,21]. Stattdessen kann allerdings eine nichtlineare Multiphotonenabsorption erfolgen [20,21]. Bevor die einzelnen Prozesse beschrieben werden, soll an dieser Stelle auf den Begriff der Photoionisation eingegangen werden: Eine Ionisation bedeutet im Allgemeinen, dass ein neutral-geladenes Atom oder Molekül eine elektrische Ladung erfährt, indem ein oder mehrere Elektronen abgetrennt oder angelagert werden [22]. Im Kontext der Interaktion von ultrakurzen Laserpulsen mit Atomen und deren Elektronen versteht man unter Photoionisation die direkte Anregung eines Elektrons durch das Laserfeld [20–22]. Im Speziellen wird hierbei ein Elektron aus dem Valenzband in das Leitungsband angeregt. Hierbei wird zwischen Multiphotonenionisation (nichtlinear), Tunnelionisation (nichtlinear) und Lawinenionisation (linear) unterschieden [20].

Multiphotonenionisation und Tunnelionisation

Damit eine nichtlineare Ionisation auftritt, muss die elektrische Feldstärke des Laserpulses ungefähr gleich groß sein wie das elektrische Feld, welches das Valenzelektron bindet [21]. Um eine elektrische Feldstärke in dieser Größenordnung zu erreichen, muss der Laserpuls eine hohe Leistungsdichte (z.B. $E = 1 \text{ }\mu\text{J}$) bei $\tau = 100 \text{ fs}$ auf einer Fläche von $200 \text{ }\mu\text{m}^2$) aufweisen beziehungsweise auf ein kleines Volumen fokussiert sein [21]. Durch eine starke Fokussierung wird eine Mikromaterialbearbeitung im Inneren der Probe im Sub- μm^3 -Maßstab ermöglicht, ohne dabei die Oberfläche der Probe zu zerstören (Abbildung 2.4) [21].

Bei der Tunnelionisation unterdrückt das elektrische Feld des Lasers die atomaren Coulomb-Potentialtöpfe, welche die Valenzelektronen binden [20]. Wenn das elektrische Feld groß genug ist, bewirkt die Überlagerung der äußeren Felder mit den atomaren Feldern eine Verzerrung der Coulomb-Potentiale, die sich in einer Herabsetzung der Ionisationsschwelle äußert, sodass das gebundene Elektron die Potentialbarriere überwinden kann und frei wird. (Abbildung 2.4) [20]. Diese Form der nichtlinearen Ionisation überwiegt bei starken Laserfeldern und geringen Laserfrequenzen (d.h. größeren Wellenlängen) [20].

Bei höheren Laserfrequenzen (d.h. kurzen Wellenlängen, jedoch geringer als für Einzel-Photonenabsorption benötigt) tritt eine nichtlineare Absorption mehrerer Photonen gleichzeitig durch ein Elektron auf [20]. Um vom Valenzband in das Leitungsband angehoben zu werden, muss bei dieser sogenannten Multiphotonen-Absorption das Valenzelektron genügend Photonen absorbieren. Die Summe der Photonen, multipliziert mit der Einzel-Photonenenergie, muss dabei gleich oder

größer als die Bandlücke des Materials sein [20]. Im Fall von Quarzglas sind dies 5-6 Photonen bei einer Wellenlänge von $\lambda = 800$ nm, die hierfür benötigt werden. Zur Bestimmung der Wahrscheinlichkeiten für Multiphotonenionisation und Tunnelionisation wird der Keldysh-Parameter γ definiert [20,23]:

$$\gamma = \frac{\omega}{e} \left[\frac{mcn\varepsilon_0 E_g}{I} \right]^{1/2} \quad (2.1)$$

wobei ω die Laserfrequenz ist, I die Laserintensität im Fokus ist, m und e sind die reduzierte Masse und Ladung des Elektrons, c ist die Lichtgeschwindigkeit, n ist der Brechungsindex des Materials, E_g ist die Bandlücke des Materials und ε_0 ist die Permittivität im freien Raum. Bei Keldysh-Parameter $\gamma \leq 1,5$ überwiegt die Tunnelionisation, bei $\gamma \geq 1,5$ die Multiphotonenabsorption und bei Werten die im Bereich $\gamma = 1,5$ liegen, handelt es sich um eine Mischung beider Ionisationsprozesse [20,23] (Abbildung 2.4).

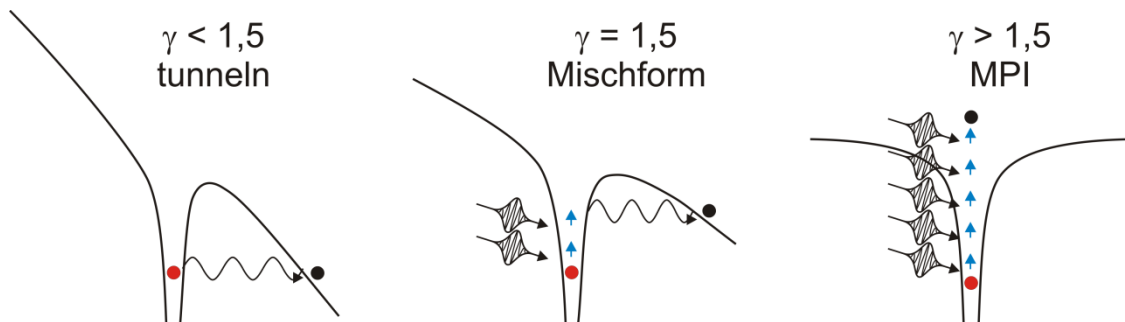


Abbildung 2.4 Schematisches Diagramm der verschiedenen Typen von nichtlinearer Photoionisation. Links: Tunnelionisation, Mitte: Mischform aus Tunnelionisation und Multiphotonenabsorption (MPI), Rechts: nur Multiphotonenabsorption. Welcher Ionisationstyp dominiert, kann durch Berechnung des Keldysh-Parameters γ bestimmt werden. Nach [20,23].

2.2.1.2 Lineare Photoionisation: Lawinenionisation

Ist die Schwelle der nichtlinearen Absorption überwunden, so können die ins Leitungsband angeregten Elektronen nun weitere Photonen absorbieren. Diese Form der Absorption oder Ionisation erfolgt linear und wird als Lawinenionisation (auch Stoßionisation) bezeichnet. Das Energieniveau der Elektronen steigt hierbei innerhalb des Leitungsbandes. Durch Stoßprozesse dieser angeregten (Leitungsband-) Elektronen mit Elektronen des Valenzbandes geben die angeregten Elektronen ihre überschüssige Energie in Form einer (Intraband-) Relaxation teilweise an Elektronen des Valenzbandes ab und ermöglichen eine resonante Anregung weiterer Valenzelektronen in das Leitungsband (Abbildung 2.5) [20].

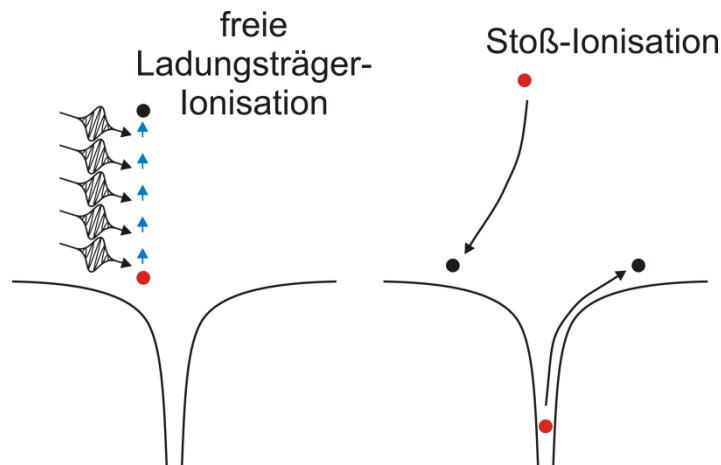


Abbildung 2.5 Prinzip der Lawinenionisation. Links: Durch freie Ladungsträger-Absorption kann ein Elektron mehrere Laserphotonen aufnehmen. Hiernach werden weitere Elektronen durch Stöße ionisiert. Rechts: Energie wird dabei vom angeregten Elektron im Leitungsband auf ein Elektron im Valenzband übertragen. Die Elektronen des Valenzbandes werden dadurch in das Leitungsband angeregt. Aus [20].

Aufgrund der Energie- und Impulserhaltung werden bei indirekten Übergängen vom Valenzband ins Leitungsband zusätzlich Phononen angeregt oder absorbiert. Dies führt zu einer thermischen Änderung im transparenten Material [24,25].

Nach Quéré et al. [26] überwiegt bis zum Zünden eines Plasmas („optical breakdown“) im Material die Multiphotonen-Anregung gegenüber der Lawinenionisation. Als Plasma wird ein Gemisch aus frei beweglichen positiven und negativen Ladungsträgern bezeichnet, wobei viele Photonen enthalten sind [22].

Lenzner et al. [27] hingegen bestätigen den linearen Charakter der Lawinenionisation bezüglich der Laserenergie. Zudem führen ihre Untersuchungen zu dem Ergebnis, dass die durch nichtlineare Ionisation angeregten Elektronen lediglich als Keime dienen, da die Lawinenionisationsrate um mehrere Größenordnungen höher liegt. Dies gilt für Wechselwirkungen mit Laserpulsen auf der gesamten Femtosekunden-Zeitskala und nur für Materialien mit einer ähnlichen Bandlücke wie Quarzglas. Bei Materialien mit kleinerer Bandlücke wie z.B. Barium-Borosilikatglas ($E = 4$ eV) überwiegt die Multiphotonenabsorption ab Pulslängen $\tau \leq 130$ fs [27]. Gattass und Mazur [21] stellen wie Lenzner et al. die Dominanz der Lawinenabsorption fest und begründen dies damit, dass ansonsten die Schwellenergie, um Materialveränderungen zu erzeugen, wesentlich stärker von der Varianz der Bandlücke bei verschiedenen Materialien abhängig sein müsste. Da experimentell nachgewiesen wurde, dass die Schwellenergien bei Materialien mit stark unterschiedlicher Bandlücke nur leicht variieren, schließen sie daraus, dass bei der Absorption prinzipiell die lineare Lawinenabsorption überwiegt [21].

2.2.2 Photoinduzierte Defekte und Neuordnung des Silikat-Netzwerkverbunds

Brechzahlunterschiede in Gläsern können durch photoinduzierte Defekte erzeugt werden [28]. Für die Bestrahlung mit UV-Lasern gilt dieser Mechanismus als Hauptquelle für eine Brechungsindexänderung [29,30]. Auch bei Bestrahlung mit Femtosekunden-Lasern ($\lambda = 800 \text{ nm}$) werden Defekte induziert, welche den Brechungsindex verändern [30]. Die Bildung von Defekten ist bislang noch nicht vollständig geklärt, dennoch kann deren Auftreten mit dem Relaxieren von selbstgefangenen Exzitonen („self strapped excitation“, STE) erklärt werden [29] (vgl. Kapitel 2.2.2.1).

2.2.2.1 Elektron-Loch-Paare (Exzitonen)

Zunächst werden, wie im vorigen Kapitel (2.2.1) beschrieben, durch nichtlineare und lineare Ionisation [29] Elektronen aus dem Grundzustand des Valenzbandes heraus angeregt [31]. Hierdurch entsteht kurzzeitig ein Elektronengas. Für Quarzglas und kristallines Quarz beträgt die mittlere Lebensdauer des erzeugten Elektronengases $\tau \approx 150 \text{ fs}$ [26,31,32]. Innerhalb weniger hundert Femtosekunden werden die angeregten Elektronen gefangen und bilden gebundene Elektron-Loch-Paare [26]. Elektron und Loch ziehen sich durch die Coulomb-Kraft gegenseitig an. Durch die positive Coulomb-Interaktion liegt das Energie-Niveau dieses Exzitons unterhalb der Bandlücke [33] (Abbildung 2.6). Wird die Energie des Exzitons um einen höheren Betrag als den der Energiedifferenz zur Bandlücke (E_b) (z.B. durch Absorption) erhöht, so entsteht ein freies Elektron (und ein Loch) [33]. Guizard et al. [34] konnten die Existenz von Exzitonen und deren Umwandlung in permanente Farbzentren in SiO_2 mittels zeitaufgelöster Absorptionsmessung bereits 1996 nachweisen.

Mao et al. [29] beschreiben zwei Wege wie Exzitonen entstehen können. Abbildung 2.6a zeigt eine schematische Darstellung des Exziton-Energie-Niveaus in Relation zur Leitungsband-Grenze. In optisch transparenten Materialien mit großer Bandlücke sind diese Exzitonen typischerweise dicht am Atom lokalisiert. Das Exziton wird dabei durch inelastische Streuung [35] der angeregten Elektronen erzeugt, welche die Elektronen im Leitungsband verlangsamen [29]. Alternativ dazu zeigt Abbildung 2.6b einen weiteren Weg Exzitonen durch direkte resonante Multiphotonenabsorption zu erzeugen.

Sun et al. [36] beschreiben die anschließende Interaktion des Exzitons mit dem Licht und mit dem umgebenden Gitter wie folgt: Die durch nichtlineare Photoionisation gebildeten Elektronen können durch eine lineare Lawinenabsorption und Stoßprozesse mit Valenzelektronen weitere Elektronen anregen. Dies führt zur Bildung weiterer Elektron-Loch-Paare (Exzitonen). Im weiteren Verlauf werden kovalente Si-O-Bindungen aufgebrochen und es entstehen Defekte durch photochemische Effekte [36].

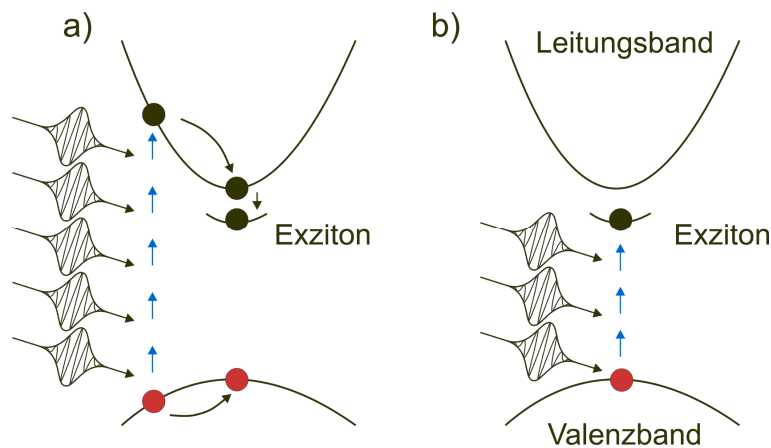


Abbildung 2.6 Schematische Darstellung des Exziton-Energie-Niveaus und zwei grundlegende Wege der Exziton-Bildung. a) Inelastische Streuung des Multiphotonenangeregten Elektrons b) Direkte resonante Absorption multipler Photonen. Nach [29].

Mehrere zehn Pikosekunden nachdem die Atome durch die Laserstrahlung angeregt wurden, rekombinieren die Elektron-Loch-Paare oder sie relaxieren zu Defekten [37]. Hierbei hängt die neugebildete Konzentration der Defekte entscheidend von der Dichte der freien Elektronen im Material ab [29]. Exzitonen können über einen ungebundenen oder an ein Atom gebundenen Weg relaxieren, wobei für optisch transparente Materialien mit großen Bandlücken ein gebundener Einfang wahrscheinlicher als ein Streuprozess ist [29]. Exzitonen, die an eine transient (vorrübergehend) aufgebrochene Si-O-Bindung gebunden sind, werden auch als selbstgefangene Exzitonen („self-trapped excitons“, STE) bezeichnet.

2.2.2.2 Defekte durch Sauerstoff-Mangel

Der Entstehungsprozess von Exzitonen ist mit einer starken Störung des SiO_2 -Gitters verbunden. So sind Ausbildung und Zerfall von selbstgefangenen Exzitonen (STE) von zentraler Bedeutung für die Bildung von Defekten [29]. Die durch die STE geschwächten Si-O-Si-Verbindungen tragen beispielsweise dazu bei, dass die Sauerstoff-Atome räumlich von ihrer Position innerhalb der SiO_2 -Matrix verschoben werden [30].

Diese Sauerstoff-Verschiebung kann nun zu offenen Silizium- und Sauerstoffbindungen („dangling bonds“) führen. Es entstehen hierdurch entweder Defekte mit Sauerstoff-Mangel („oxygen-deficiency defects“) oder Sauerstoff-Überschuss [38,39].

Beispiele für Defekte mit Sauerstoff-Mangel sind:

- die stabile Sauerstoff-Mangelstelle, ODC(I) („oxygen-deficiency center“). Es handelt sich hierbei um eine neutral-geladene kovalente Si-Si-Bindung mit einer Absorptionsbande bei $\lambda = 163 \text{ nm}$.
- die instabile Sauerstoff-Mangelstelle ODC(II). Hierbei liegen zwei ungebundene Si-Atome vor, wobei ein brückenbildendes Sauerstoffatom fehlt. Deren Absorptionsbande beträgt $\lambda = 247 \text{ nm}$.

Die beiden ODC werden als Vorläufer von Farbzentren betrachtet [39]. Sie reagieren diamagnetisch [30], werden also von externen Magnetfeldern abgestoßen [36].

c) das positiv geladene E'-Zentrum, bei dem das Silizium ein unkoordiniertes Elektron aufweist und deren Absorptionsbande bei $\lambda = 200 \text{ nm}$ liegt [9]. Das E'-Zentrum reagiert paramagnetisch und wird daher von einem externen Magnetfeld angezogen. Zeitlich kann das Farbzentrum stabil sein oder zu anderen Verbindungen relaxieren. Im Fall der zeitlichen Instabilität, können die zuvor aufgebrochenen kovalenten Bindungen wieder rekombinieren. Nach Pacchioni [19] formen die Sauerstoff-Mangelstellen instabile Verbindungen, die auch zu neuen Si-Si-Bindungen führen können.

Eine weitere Möglichkeit ist eine Umwandlung von Farbzentren durch Einfangen eines Elektrons zu einer stabilen neutral-geladenen Sauerstoff-Fehlstelle („non-bridging oxygen hole center“, NBOHC, Abbildung 2.7) [38].

In einer Untersuchung von Yb-dotiertem Phosphatglas, lag der Anteil der Farbzentren am entstandenen Brechzahlunterschied bei etwa 15% [40], wobei das Glas zuvor mit ultrakurzen Laserpulsen ($\lambda = 800 \text{ nm}$, $\tau = 130 \text{ fs}$, $f = 1 \text{ kHz}$) bearbeitet wurde. Thermisch stabil sind diese (in diesem Material) bei Temperaturen von $t \leq 70^\circ\text{C}$ [40].

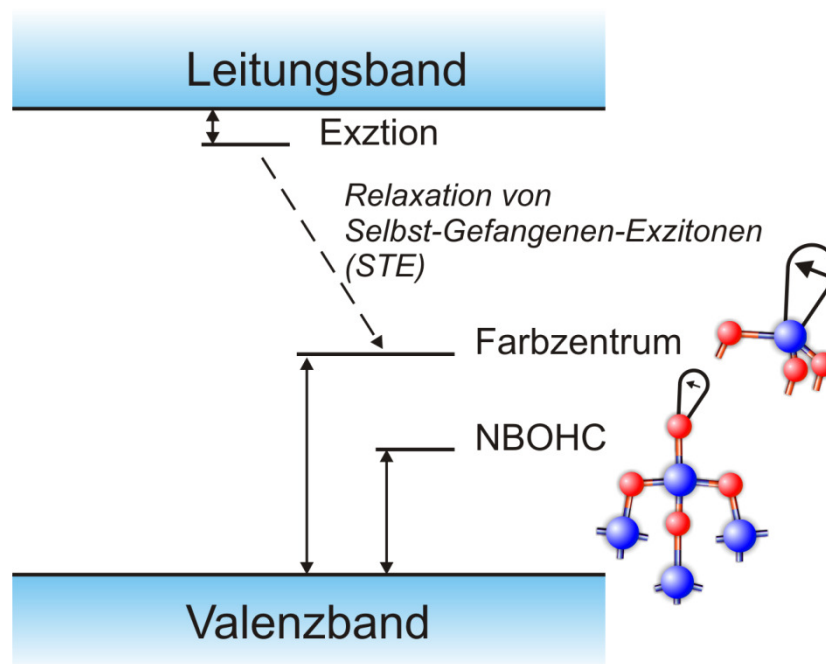


Abbildung 2.7 Schematische Darstellung der Anregung von intrinsischen Defekt-Energie-Niveaus in SiO_2 . Rote Kugeln: Silizium, blaue Kugeln: Sauerstoff. Aus [29].

2.2.2.3 Neutral-geladene Sauerstoff-Fehlstellen durch Sauerstoff-Überschuss

Im Gegensatz zu ODC und Farbzentren, mit einem Sauerstoff-Mangel, entstehen bei der Ultrakurzpuls-Bestrahlung von Quarzglas auch Defekte mit einem Sauerstoff-Überschuss, sogenannte „neutral-geladene Sauerstoff-Fehlstellen“ („non-bridging oxygen hole centers“, NBOHC) [1,28,30,36,38,41,42].

Neutral-geladene Sauerstoff-Fehlstellen bestehen aus einer Si-O-Gruppe mit einer gefangenen Fehlstelle am Sauerstoff-Atom, dessen Außenschale jedoch voll besetzt ist und eine offene Bindung („dangling bond“) aufweist (Abbildung 2.8) [43]. Höhere fs-Pulsenergien erzeugen eine Vielzahl solcher Fehlstellen, die zu erhöhter 650-nm-Fluoreszenz-Intensität führen und somit spektroskopisch gut nachgewiesen werden können [34,41,44].

Neutral-geladene Sauerstoff-Fehlstellen sind zeitlich stabil [34], führen zu einer plastischen Deformation des Glas-Netzwerks [44] und somit zu einer permanenten Dichteänderung mit gleichzeitiger Änderung der Brechzahl des Materials. Allerdings beginnen die Defekte bei thermischem Aufheizen wieder auszuheilen. Bei einer Temperatur von $t = 400^\circ\text{C}$ sind nahezu alle Defekte ausgeheilt [30]. Weiterhin ergab eine Photolumineszenz-Analyse, dass ODC(II)-Defekte zwischen $t = 300^\circ\text{C}$ und $t = 500^\circ\text{C}$ vollständig ausheilen [36,45]. Da ein Teil des Brechungsindex jedoch bis Temperaturen von $t = 900^\circ\text{C}$ erhalten bleibt, kann die Existenz von Defekten den Brechzahlunterschied nur teilweise erklären [30].

Bei den in dieser Arbeit durchgeführten Experimenten zur Bestimmung der thermischen Stabilität von Bragg-Gittern-Wellenleiter (BGW) in Quarzglas ist zu beobachten, dass die Bragg-Gitter-Signale bis $t = 500^\circ\text{C}$ bereits um etwa 60% abgeschwächt werden (Kapitel 4.1.4.1, Abbildung 4.9). Dies weist darauf hin, dass bei der Bildung von Brechzahlunterschieden für die Erzeugung von Bragg-Gitter-Wellenleiter ein erheblicher Anteil an neutral-geladenen Sauerstoff-Fehlstellen und Farbzentren beteiligt ist.

Bei Versuchen mit fs-Laser-Doppelpulsen erklären Wortmann et al. [38] die Erhöhung der Brechzahl im SiO_2 um den Faktor 1,5 durch die Bildung von Farbzentren des ersten Pulses und das Erzeugen von freien Elektronen durch einen zweiten Puls (mit $T = 400$ ps bis 800 ps Verzögerung). Dabei könnten die durch den zweiten Puls angeregten Elektronen mit den Farbzentren des ersten Pulses zu einer erhöhten Konzentration von NBOHC relaxieren [38].

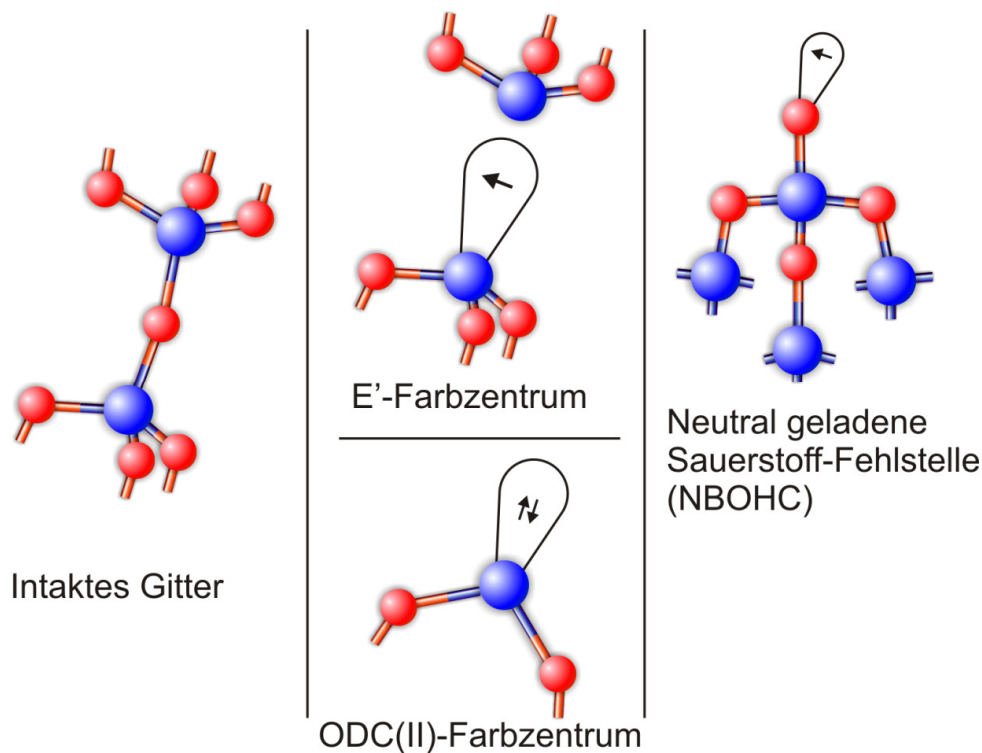


Abbildung 2.8 Strukturmodelle eines perfekten SiO₂-Gitters und die häufigsten Laser-induzierten Defekte. Rote Kugeln: Silizium, blaue Kugeln: Sauerstoff. Aus [30].

2.2.2.4 Neuordnung des Silikat-Netzwerkverbunds

Ein weiteres Konzept zur Erklärung der Bildung von Brechzahländerungen im Bereich des Laserfokus basiert auf einer adiabatischen Neuordnung der Silikatmatrix, die äquivalent zu einer sehr schnellen Temperaturänderung des bestrahlten Bereichs ist [30]. Die zeitliche Dimension der Neuordnung liegt wahrscheinlich in einer ähnlichen Skala wie die Bildung von Defekten, die im Bereich von 10 ps bis 10 ns liegt.

Chan et al. [41] untersuchten Quarzglas, welches unter vergleichbaren Bedingungen wie in dieser Arbeit, mit Laserpulsen ($\lambda = 800$ nm, $\tau = 130$ fs, $f = 1$ kHz), bearbeitet wurde. Die dabei durchgeführten Raman-spektroskopischen Messungen weisen auf Veränderungen der SiO₄-Ringstrukturen hin.

Statistisch gesehen sind in unbehandeltem Quarzglas 5- und 6-gliedrige SiO₄-Ringstrukturen am häufigsten [46,47]. Insbesondere die Zunahme der Raman-Peaks bei 490 cm⁻¹ und 605 cm⁻¹ durch zunehmende Laserpulsenergien weisen auf eine erhöhte Konzentration von 3- und 4-gliedrigen Ringstrukturen hin. Eine höhere Konzentration der kleineren Ringstrukturen im Quarzglasstruktur-Netzwerk führt zu einer Verdichtung des Materials. Diese Materialverdichtung ist mit einer Erhöhung des Brechungsindex verbunden [41]. Bei sehr vielen Materialien mit Glasstruktur wie beispielsweise bei Quarzglas tritt bei fs-Laser-Bestrahlung eine Erhöhung der Dichte und der Brechzahl auf.

Bei vielen kristallinen Materialien hingegen und auch bei manchen amorphen Materialien tritt nach fs-Laser-Bestrahlung eine Erniedrigung der Brechzahl auf. Eine plausible Erklärung dafür ist, dass diese Materialien bereits eine optimal dichte Gitterstruktur oder eine dichte amorphe Struktur aufweisen, und diese keinen Spielraum für eine weitere Verdichtung zulässt [48]. Hierbei könnten die aufgebrochenen kovalenten Bindungen und Defekte dafür sorgen, dass sich größer-maschige Strukturen im Netzwerkverbund bilden. Da für Quarzglas bei Zunahme der Dichte zeitgleich auch eine größere Konzentration von 3- und 4-gliedrigen SiO_4 -Ringen gemessen wurde, weist eine Brechzahlerniedrigung bei anderen silikatischen Gläsern darauf hin, dass keine weitere Erhöhung der Konzentration der kleinen SiO_4 -Ringe erfolgt. Daher kann bei dieser Erklärung nur die Konzentration der großen (sieben- und achtgliedrigen) SiO_4 -Ringe steigen, was eine Verringerung der Dichte und Brechzahl bedeutet.

Untersuchungen durch Interferenz-Mikroskopaufnahmen an fs-Laser-modifiziertem Borosilikat (*AF45, Schott AG*) zeigen, dass eine räumliche Verteilung von positiver und negativer Brechzahländerungen an einer Struktur gleichzeitig vorkommen [49]. Eine Ursache hierfür können Brechzahländerungen durch Dichteverschiebungen sein [49]. Dies kann ebenfalls mit dem Konzept der verschieden großen SiO_4 -Ringe erklärt werden [49].

Für die adiabatische Neuordnung der Matrix von optisch transparenten Materialien kann weiterhin auch die Bildung einer „ultrakurz“ gebildeten „nicht-thermischen Schmelze“ [50] in Frage kommen. Dies wurde von Rousse et al. [50] für den Halbleiter Indiumantimonid (InSb) postuliert. Demnach erhalten die Atome durch die ultrakurzen Laserpulse innerhalb weniger hundert Femtosekunden genug kinetische Energie um einen „Schmelze-ähnlichen Zustand“ zu bilden [50]. Dies erfolgt in diesem Fall wesentlich schneller, als es bei thermischer Bewegung geschehen würde. Die im Gegensatz zur nicht thermischen Schmelze benötigte Zeit für einen Übertrag der elektronischen Energie in thermische Energie beträgt mindestens mehrere zehn Pikosekunden [21,50]. Da der Begriff „Schmelze“ jedoch einen thermischen Prozess impliziert, ist es vorzuziehen die deskriptive Bezeichnung „Neuordnung der Matrix“ zu verwenden.

2.2.2.5 Verdichtung der Glasmatrix durch Druckwellen und Bildung von Mikrohohlräumen

Verdichtung der Glasmatrix

Ein weiterer Effekt, der vermutlich auf Defekte und eine Matrix-Neuordnung zurück geführt werden kann, ist die Bildung von Druckwellen durch Eintreffen der Laserpulse innerhalb der Glasmatrix. Diese Druckwellen entstehen bei hohen Laser-Energien, die mit der Zerstörung des Materials und der Bildung von Mikrohohlräumen („voxel“) einher gehen. Liegt der vom Laser bearbeitete Bereich an der Oberfläche, so kann Ablation erfolgen [51].

Die molekulare Dynamik in Quarzglas während einer Druckwelle wurde durch Simulation eines mechanischen Schlags mit einem Kolben auf das Material untersucht [52]. Hierbei wurde eine Verdichtung um etwa 20% erreicht. Ähnliche Verdichtungen konnten experimentell bei Laser-Schädigung von Quarzglas nachgewiesen werden [47,52]. Über Messungen der Raman-Spektren wurden die Anteile der 3- bis

10-gliedrigen SiO_4 -Ringe bestimmt. Es zeigte sich eine Erhöhung der Konzentration der 3- und 4-gliedrigen SiO_4 -Ringe, welche typisch für eine Verdichtung der Quarzglas-Matrix ist. Weiterhin wurde auch eine Erhöhung der Konzentration der größeren SiO_4 -Ringe mit 7 und mehr Gliedern ermittelt [52]. Die Zunahme der größeren Ringe spricht für ein Aufbrechen der Quarzmatrix. Ihr Einfluss auf die Verdichtung ist jedoch noch ungeklärt [52,53].

Mikrohohlräume

Mikrohohlräume („voxel“) können erwünscht sein, um beispielsweise starke Streuzentren für die Erzeugung von Bragg-Gitter-Strukturen zu erzeugen oder um relativ große Volumina mit erniedrigter Brechzahl zu bilden, die die Dimension des Laser-Fokus im Material übertreffen. Solche Strukturen entstehen, wenn die fs-Laserenergie die zur Bildung von Defekten notwendige Energie stark überschreitet. Wie bereits im Kapitel 2.2.2.1 ausgeführt, kann nach Bildung der Exzitonen von den Elektronen lawinenartig weitere Energie linear absorbiert werden. Da die Elektronen jedoch schneller angeregt werden, als dass sie die hinzu gewonnene Energie an die Matrix abgeben können, kommt es zu einer explosionsartigen Ausdehnung eines dicht lokalisierten Plasmas [36]. Die Trennung der Ladungen während der Plasmabildung führt zu einer Coulomb-Explosion, welche eine Druckwelle auslöst [54,55].

Diese Druckwelle führt Materie vom zentralen Bereich nach außen [54,55]. Hierdurch werden Zerstörungen mit geringer Dichte oder Hohlräume gebildet, die von einer stärker verdichteten Phase umgeben sind [36]. Dies führt dazu, dass das Brechzahlprofil durch den Mikrohohlraum eine zentrale Region mit verringerter Brechzahl aufweist sowie den umgebenden Ring, der wie zu erwarten einen höheren Brechungsindex zeigt [56]. Der von Martinez et al. gemessene Brechzahlkontrast zum umgebenden Glas beträgt etwa 0,5 [56]. Mikrohohlräume verursachen im Gegensatz zu Defekten starke Lichtstreuung und Absorption, die zu starker Dämpfung des transmittierten Lichts führen.

Beim Schreiben von Wellenleitern in Quarzglas bei Experimenten dieser Arbeit, wurden die Entstehung von Plasma und die damit einhergehende Bildung von Mikrohohlräumen (Zerstörungen) vermieden. Dies konnte während des Schreibvorgangs durch Beobachtung des Mikroskopbildes kontrolliert werden, da in Quarzglas bei Plasmabildung gleichzeitig Weißlicht im Fokus entsteht [17,32].

2.2.2.6 Nanostrukturen in Quarzglas

Eine weitere Struktur, die durch Verdichtung des Materials entstehen kann, sind sogenannte Nanostrukturen, die vermutlich ebenfalls auf Defekten und einer Matrixneuordnung basieren.

Doppelbrechende Wellenleiterstrukturen wurden erstmals 1999 von Sudrie et al. [57] untersucht. Hierbei wurde der Brechzahlunterschied über Beugungsmuster bestimmt. Die Brechzahländerung zwischen x- und y-Richtung beträgt dabei $\Delta n = 0,011$. Weitere Untersuchungen zeigen inhomogene, gitterartige Störungen der SiO_2 -Glasmatrix im Subwellenlängenbereich. Diese periodischen Nanostrukturen („nanoplanes“) bilden ein streifenartiges Muster und sind parallel zur Polarisierung des fs-Lasers orientiert (Abbildung 2.9). Die Verteilung von neutral-geladenen Sauerstoff-Fehlstellen und Farbzentren könnte eine Rolle spielen, um diese Strukturen zu

bilden [58,59]. Die Periode dieser Nanostrukturen beträgt ungefähr $\lambda/2n$ und ist unabhängig von der Schreibgeschwindigkeit, was auf einen selbstreplizierenden Bildungsmechanismus schließen lässt [60,61].

Anwendung findet dieser Doppelbrechungseffekt beim Ätzen von Mikrokanälen. Hierbei ist die Ätzrate von Kanälen, die parallel zur Polarisationsrichtung des Lasers geschrieben wurden etwa 300-fach höher als in der orthogonalen Polarisationsrichtung. In einem ähnlichen Maße erhöht sich die Ätzrate, wenn eine zirkuläre Polarisation verwendet wird [61]. Ungeklärt ist die Frage, weshalb diese Nanostrukturen nur bei bestimmten Pulsenergien und nur in Quarzglas auftreten. In Borosilikat beispielsweise, konnte der Effekt nicht festgestellt werden [61].

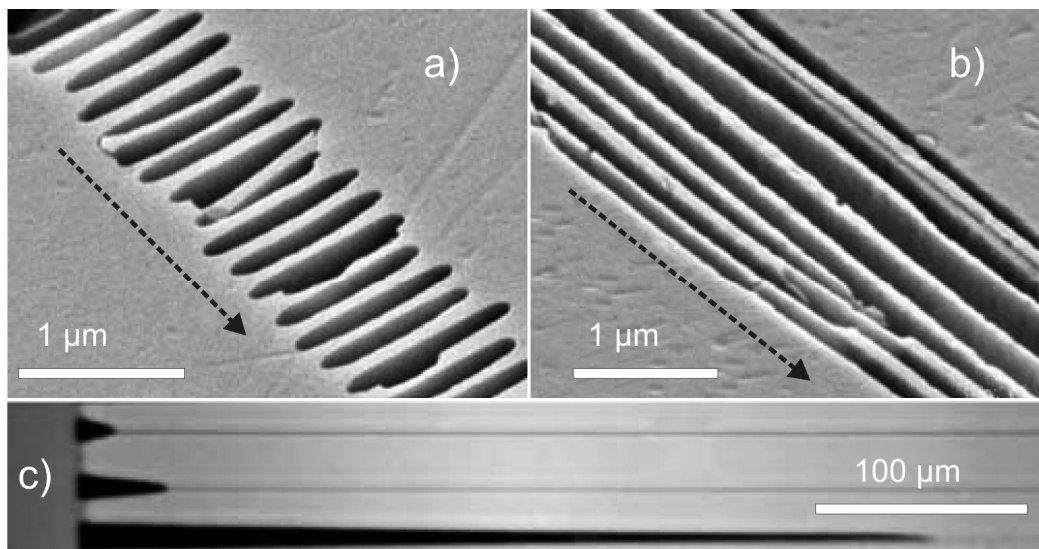


Abbildung 2.9 Mit Flusssäure geätzte Mikrokanäle in Quarzglas in Bereichen, die zuvor mit fs-Laserpulsen unterschiedlicher Polarisation bearbeitet wurden. Die Ätzraten sind bedingt durch Nanostrukturen. a) Laserpolarisation linear parallel zur Schreibrichtung, b) Laserpolarisation linear senkrecht zur Schreibrichtung. c) Mikroskopbild von 3 verschiedenen geätzten Kanälen: Oberer Kanal: Polarisation parallel zur Schreibrichtung (wie a)); Mittlerer Kanal: Polarisation senkrecht zur Schreibrichtung (wie b)); Unterer Kanal: Polarisation linear 45° zur Schreibrichtung. Die gestrichelten Pfeile zeigen in Schreibrichtung. Aus [61].

2.2.3 Thermische Prozesse: Wärmeakkumulierung

Abseits der zeitlichen Dimension von Strukturen, die durch Defekte und einer Matrix-Neuordnung gebildet werden, wird anschließend ein Teil der vom Laser eingebrachten Energie an die umgebende Matrix des Materials abgegeben [62]. Hierbei bestimmt bei einem gepulsten Laser der zeitliche Abstand der Pulse in Abhängigkeit von der thermischen Diffusion inwiefern thermische Energie akkumuliert werden kann. Ist der Abstand der Pulse kürzer als die Zeit der vollständigen thermischen Relaxation, so erhitzt sich das Material um den fokussierten Materialbereich [62]. Eine mögliche thermische Akkumulation wird, abgesehen von der Repetitionsrate des Lasers, vor allem durch die verwendete Pulsenergie und die Eigenschaften des ge-

wählten Materials beeinflusst. In silikatischen Gläsern ist die Temperaturabnahme (aufgrund thermischer Diffusion) an einem fs-Laser bestrahlten Punkt so groß, dass bei Wiederholraten im kHz-Bereich keine Wärmeakkumulation stattfinden kann [49]. Bei Experimenten mit einem Ti:Saphir-Laser ($\lambda = 800$ nm, $\tau = 50$ fs, $E = 100$ nJ) und Borosilikatglas konnten bis zu einer Repetitionsrate von $f = 200$ kHz keine Akkumulationseffekte nachgewiesen werden [49].

Eine kumulative Erwärmung in Borosilikatglas wurde jedoch bei fs-Lasersystemen mit Repetitionsraten $f > 200$ kHz festgestellt. Hierbei entstanden im Fokusbereich Strukturen, welche den Laser-Fokus-Durchmesser um etwa $2\text{ }\mu\text{m}$ überschritten [63]. Bei der Erzeugung von Wellenleitern konnte durch Wärmeakkumulation eine Erniedrigung der Transmissionsdämpfung um $\alpha = 0,2$ dB/cm erreicht werden [63].

Für die in dieser Arbeit durchgeführten Experimente mit einem Ti:Saphir-Lasersystem ($\lambda = 800$ nm, $\tau = 100$ fs) und einer Repetitionsrate von $f = 5$ kHz wird daher erwartet, dass die Pulsabstände ($200\text{ }\mu\text{s}$) zu groß sind, um Akkumulationseffekte in Borosilikatglas verursachen zu können.

In Experimenten mit Quarzglas und hochrepetierenden Lasern wurde gezeigt, dass thermische Effekte bei diesem Material eine deutlich geringere Rolle spielen als bei Borosilikatglas, da bei Repetitionsraten $f \leq 1$ MHz keine Wärmeakkumulation nachgewiesen werden konnte [63].

2.3 Herstellungstechniken zur Erzeugung von Wellenleitern

Prinzipiell gibt es mehrere Ansätze, Wellenleiter in transparenten Materialien mit fs-Laserpulsen zu erzeugen, wobei vier Wellenleiter-Typen unterschieden werden [51].

Der erste Ansatz basiert auf einer positiven Brechzahlveränderung. Hierbei kann das Licht direkt in der modifizierten Struktur geführt werden und wird als Typ-I-Wellenleiter bezeichnet [48,51] (Abbildung 2.10). Beispiele für Materialien, in denen Typ-I-Wellenleiter entstehen, sind zahlreiche transparente Materialien wie SiO_2 , sowie Borosilikate und Alumo-Borosilikate mit erhöhtem SiO_2 -Gehalt wie beispielsweise AF32.

Borosilikatglas, Kalk-Natron-Glas (Fensterglas, Flachglas) und viele kristallinen Materialien zeigen hingegen eine Brechzahlerniedrigung über die mit fs-Laser bearbeitete Zone. In diese Zone kann Licht nicht direkt eingekoppelt werden, weshalb sie sich nicht als Wellenleiterstruktur eignet. Jedoch können auch in diesen Materialien Wellenleiterstrukturen durch Einbringen alternativer Strukturen erzeugt werden [30,51,64,65]. Bei diesem Ansatz werden eine oder mehrere zusätzliche Strukturen erzeugt, welche ein Stressfeld generieren und somit eine gut begrenzte Modenführung ermöglichen (Abbildung 2.12) [48]. Diese Form Wellenleiter wird als Typ-II-Wellenleiter bezeichnet und ist nach Typ-I am weitesten verbreitet, um Wellenleiter in kristallinem Material mittels ultrakurzer Pulse zu erzeugen. Eine weitere Bezeichnung für diesen Typ Wellenleiter ist Stress-induzierter-Wellenleiter („stress induced waveguide“).

Typ-III-Wellenleiter sind durch einen mit Laserpulsen erzeugten Mantelbereich, der ein unbearbeitetes Zentrum enthält, charakterisiert (Abbildung 2.16). Sie werden auch als Erniedrigte-Mantel-Wellenleiter („depressed cladding waveguide“) bezeichnet [66].

Als vierte Möglichkeit gibt es die als Typ-IV-Wellenleiter bezeichnete Lichtleiter [51] (Abbildung 2.17). Hierbei werden Furchenstrukturen von der Oberfläche in das Material ablatiert sodass ein Steg übrig bleibt, in dem Licht geführt werden kann. Weitere Bezeichnungen sind Rippenwellenleiter, Eingesenkte-Wellenleiter, oder „buried wave-guides“.

2.3.1 Typ-I: Bildung von Wellenleiter im Bereich des Laserfokus

Dieser Typ Wellenleiter entsteht, wenn fs-Laserpulse in das Material fokussiert werden und die Brechzahl des Materials im Brennpunkt erhöht wird ($\Delta n > 0$) [51]. Eine Brechzahlerhöhung ist in vielen amorphen Materialien wie beispielsweise in Quarzglas und Aluminium-Borosilikat-Gläser (AF32, Schott AG) anzutreffen [51].

Üblicherweise wird die zu bearbeitende Probe unter dem fokussierten Strahl hinweg bewegt, wobei sich die punktförmig bestrahlten Volumina überlappen und zu einem linienförmigen Wellenleiter zusammensetzen (Abbildung 2.10). Der Laser-veränderte

Bereich bildet hierbei den Kern und das umgebende Substrat den Mantel des Wellenleiters. Je nach Lasereigenschaften wie Strahldurchmesser, Pulsenergie, Wellenlänge sowie Brennweite des Objektivs und dessen Abbildungsqualität, kann die Strahltaile im Fokus um mehrere μm variieren. Da die Dimension und Form der Strahltaile die Form und Größe des Volumens mit Brechzahländerung bestimmt, entstehen einzelne Schreiddurchgänge (Linien), deren Querschnitte (Profile) unterschiedliche Durchmesser aufweisen und verschieden stark elliptisch oder kreisförmig ausgebildet sind.

Eine Möglichkeit Einfluss auf die Form des Wellenleiterprofils zu erhalten, ist die astigmatische Strahlformungstechnik („astigmatic beam shaping technique“), wie in Abbildung 2.11 dargestellt [67,68]. Bei dieser Technik muss für eine Änderung des Wellenleiterdurchmessers das Brennweitenverhältnis der Linsen geändert werden. Für Wellenleiterdurchmesser über 5 μm bei Wellenleitern des Typs I kann mit Hilfe mehrfacher Schreiddurchgänge („multiscan“), die ein Wellenleiterbündel bilden, stufenlos vergrößert werden [48,69,70].

Im Zuge dieser Arbeit wurden verschiedene neuartige Bündeldesigns entwickelt (Kapitel 4.1.3). Außerdem wurde das Bündeldesign so optimiert, dass der zentrale Durchgang des Bündels unbearbeitet bleibt. Hierdurch kann beim Einbringen von zusätzlichen Bragg-Gittern ein besonders hoher Brechzahlkontrast erreicht werden. Dieser ermöglicht eine Bragg-Gitter-Effizienz von $\varepsilon \geq 16 \text{ dB/cm}$ (Kapitel 4.1.4).

Unter Berücksichtigung dieser Faktoren können zahlreiche 3D-Wellenleiterstrukturen wie Y-Koppler, Richtkoppler (mit gerichtetem Koppelverhältnis) oder Wellenleiter-Felder mit und ohne Gitterstrukturen realisiert werden [3,51,60,71,72].

In kristallinen Materialien hingegen gibt es nur wenige Materialien in welchen Typ-I-Wellenleiter erzeugt werden können [51]. Beispiele sind LiNbO_3 [73,74], Nd:YCOB [48] und ZnSe [75]. Kristalline Materialien unterscheiden sich bezüglich fs-Laser induzierter Materialänderungen von amorphen Materialien darin, dass die Brechzahländerung meist nur bei einer Vorzugsrichtung, entlang einer optischen Achse des Kristalls, vorhanden ist. Daher sind die Wellenleiter-Eigenschaften und Verwendungsmöglichkeiten des erzeugten Kern-Bereichs gegenüber amorphem Volumen-Material eingeschränkt [51]. Weiterhin zeigen Wellenleiter des Typs I in kristallinem Material meist eine geringe Temperaturstabilität und sind somit für die Verwendung als Lasermedium für Hochleistungs-Laser ungeeignet [51].

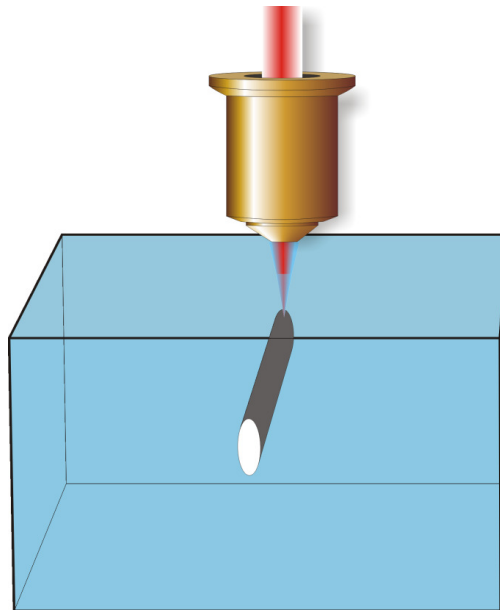


Abbildung 2.10 Typ-I-Wellenleiter. Entsteht durch direktes fs-Laser-Einschreiben bei einer Brechzahlerhöhung des Materials.

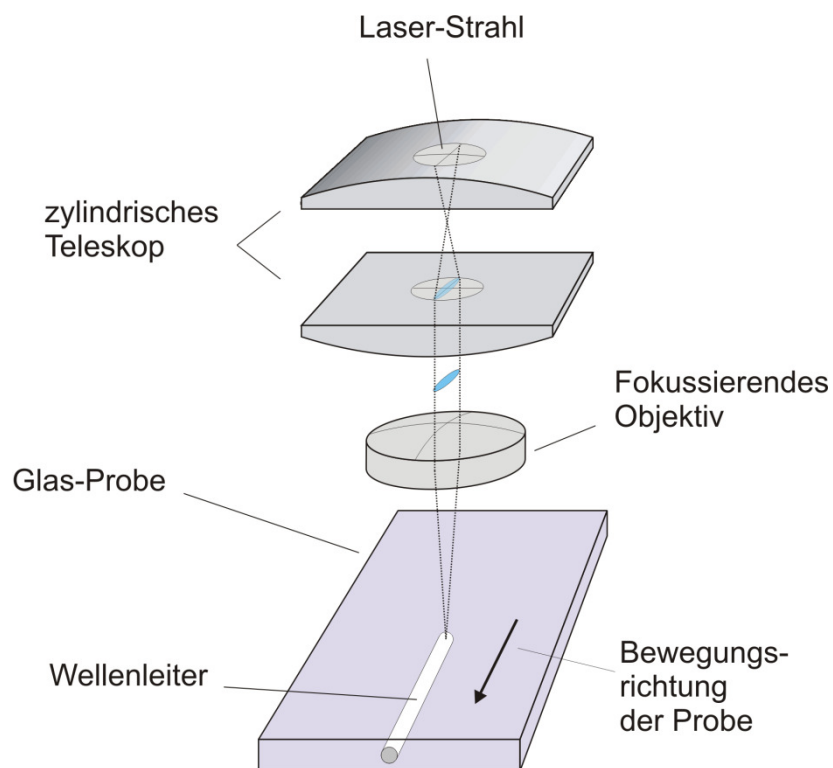


Abbildung 2.11 Astigmatische Strahlformung durch Verwendung von zylindrischen Linsen als Teleskop vor dem Schreib-Objektiv [67].

2.3.2 Typ-II: Stress-Induzierte-Wellenleiter

Wellenleiter des Typs II entstehen aufgrund von mechanischem Stress, der durch eine Dichteänderung einer erzeugten Spur induziert wird. Die im Laserfokus erzeugte Strukturänderung weist hierbei eine negative Änderung des Brechungsindex ($\Delta n < 0$) auf und lässt keine direkte Wellenleitung zu [48,51,76]. Jedoch wird Licht in wenigen Mikrometern Entfernung beiderseits der Spur geführt, da dort durch mechanischen Stress eine positive Brechzahländerung entsteht. Meistens wird eine zweite parallele Spur erzeugt, um die Führung des Lichts zwischen den Spuren zu verbessern (Abbildung 2.12). Daher wird dieser Typ auch häufig als Doppel-Linien-Wellenleiter bezeichnet („dual line waveguide“). Um den Effekt der Wellenleitung zu nutzen reicht prinzipiell auch nur eine einzelne Spur aus [65].

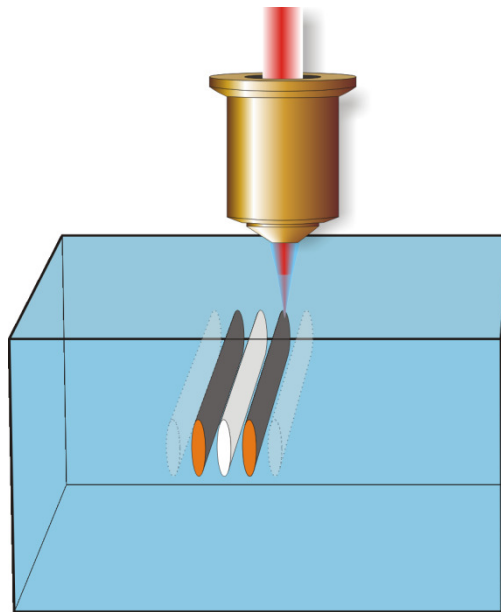


Abbildung 2.12 Typ-II-Wellenleiter sind stressinduziert und entstehen auf beiden Seiten einer mit fs-Laser bearbeiteten Spur (mit einer Brechzahlerniedrigung) oder zwischen zwei parallelen Spuren (mit Brechzahlerniedrigung).

Bei der Bestrahlung von kristallinem Quarz mit fs-Laserpulsen findet im Bereich der alterierten Zone eine Beschädigung oder Amorphisierung der kristallinen Struktur statt (Abbildung 2.13) [65]. Es handelt sich hierbei nicht um eine thermische Aufschmelzung des Materials, sondern um eine von ultrakurzen Pulsen hervorgerufene nicht-thermische Schmelze, beziehungsweise eine Neuordnung der Materialstruktur, wie in Kapitel 2.2.2.4 beschrieben. Der amorphe Charakter wurde durch Messungen der Feinbereichsbeugung (SAED) nachgewiesen [65]. Vergleicht man die Dichte von amorphem Quarzglas ($2,20 \text{ g/cm}^3$) mit der von kristallinem Quarz ($2,65 \text{ g/cm}^3$) so ergibt sich ein Dichteunterschied von etwa 17%. Diese Volumenerhöhung erzeugt einen mechanischen Stress innerhalb des Materials. Stressmaxima, die neben einer fs-Laser bearbeiteten linienförmigen Spur auftreten, wurden bei Modellierung mit der Finite-Element-Methode ebenfalls nachvollzogen (Abbildung 2.14) [65].

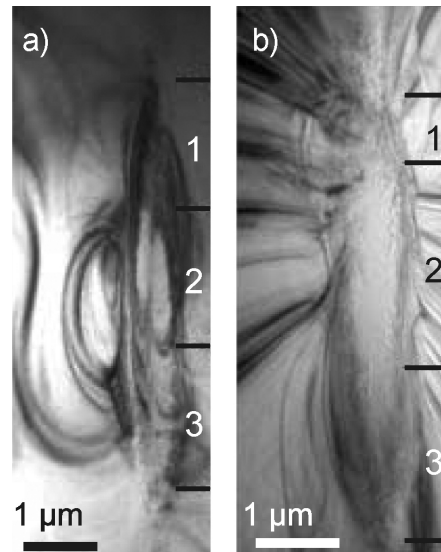
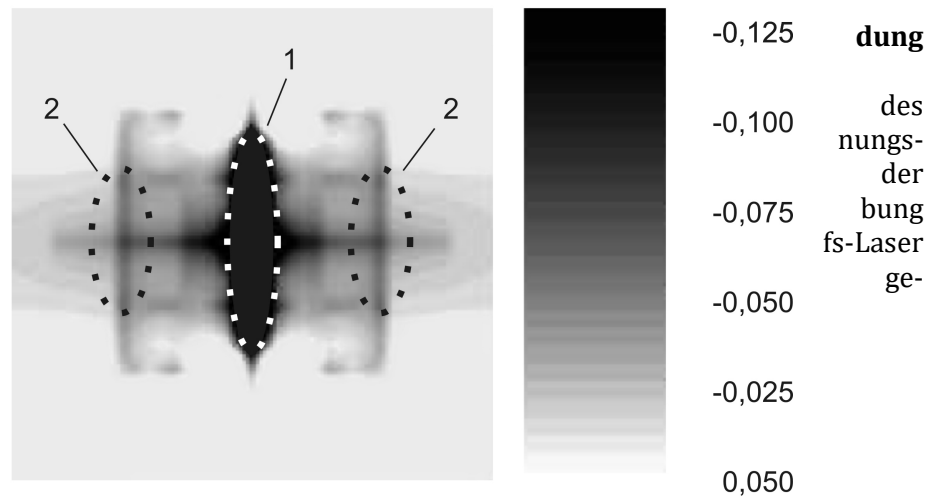


Abbildung 2.13 Aufnahmen einer mit fs-Laser erzeugten Spur vom Typ II in kristallinem Quarz durch ein Transmissionselektronenmikroskop (TEM). a) Aufnahme einer Spur, die mit einer Pulsenergie von 80 nJ hergestellt wurde. b) Linienförmige Spur, produziert mit 14 μ J Pulsenergie. Region 1 und 3 zeigen kristalline Strukturen mit Defekten und deformierter kristalliner Matrix (rechts). Die Region 2 wurde amorphisiert. Aus [65].

Abbildung 2.14 Simulation des Spannungsfeldes in der Umgebung einer mit direkt



schriebenen Spur im Zentrum (1) in einem Quarz-Kristall. Das Bild entspricht der hydrostatischen Spannungsverteilung, die durch die Finite-Elemente-Methode (FEM) berechnet wurde. Der innere Bereich repräsentiert nicht die tatsächlichen Verhältnisse (statt einer Erhöhung der Verdichtung sollte eine Verringerung der Dichte entstehen). Daher sind Drücke innerhalb der weiß-gestrichelten Ellipse (1) nicht gültig [65]. Zwei Maxima der Spannungsverteilung sind rechts und links neben dem Zentrum zu erkennen (2, schwarz-gestrichelt). Diese repräsentieren eine lokale Erhöhung der Materialdichte, welche (näherungsweise) proportional zum Brechungsindex ist [65]. Nach [65].

Ein weiteres Phänomen in ferroelektrischen Kristallen wie LiNbO_3 , ist das gleichzeitige Auftreten von Typ-I-Wellenleiter (Brechzahlerhöhung) und Typ-II-Wellenleiter (Brechzahlerniedrigung). Dies geschieht bei Pulsenergien knapp über der Modifikationsschwelle bei der Herstellung der Wellenleiter. Die unterschiedlichen Wellenleitertypen (I und II) entstehen durch Brechzahlerhöhung oder -erniedrigung in Abhängigkeit der Pulslänge ($\tau = 220$ fs und $\tau = 1,1$ ps), wie in Abbildung 2.15 zu sehen ist [73].

Insbesondere in kristallinem Material können Typ-II-Wellenleiter gegenüber Typ-I vorteilhaft sein. Dadurch, dass Licht in einem nicht bearbeiteten Bereich geführt wird, bleiben die nichtlinearen Eigenschaften und das Lumineszenz-Verhalten des Materials gegenüber den bearbeiteten Bereichen erhalten [51]. Strukturen vom Typ-II eignen sich daher besonders zur Erzeugung von Wellenleiter-Lasern wie beispielsweise in Nd:GGG Laser-Kristallen [77].

Weiterhin zeigen Typ-II-Wellenleiter in kristallinen Materialien im Gegensatz zu Typ-I eine sehr gute Temperaturbeständigkeit. Beispielsweise ist eine Brechungsindexänderung in kristallinem Quarz bis $t = 1200^\circ\text{C}$ thermisch stabil [65].

Die Herstellung von Typ-II-Wellenleitern mit Hilfe von mehreren Durchgängen (Bündel) pro Spur kann die Wellenleitung zusätzlich verbessern [78]. Auf diesen Aspekt wird in den Kapiteln 4.2.2 und 4.2.3 detailliert eingegangen, in denen die Bündeltechnik für Typ-II-Wellenleiter angewendet und weiterentwickelt wurde.

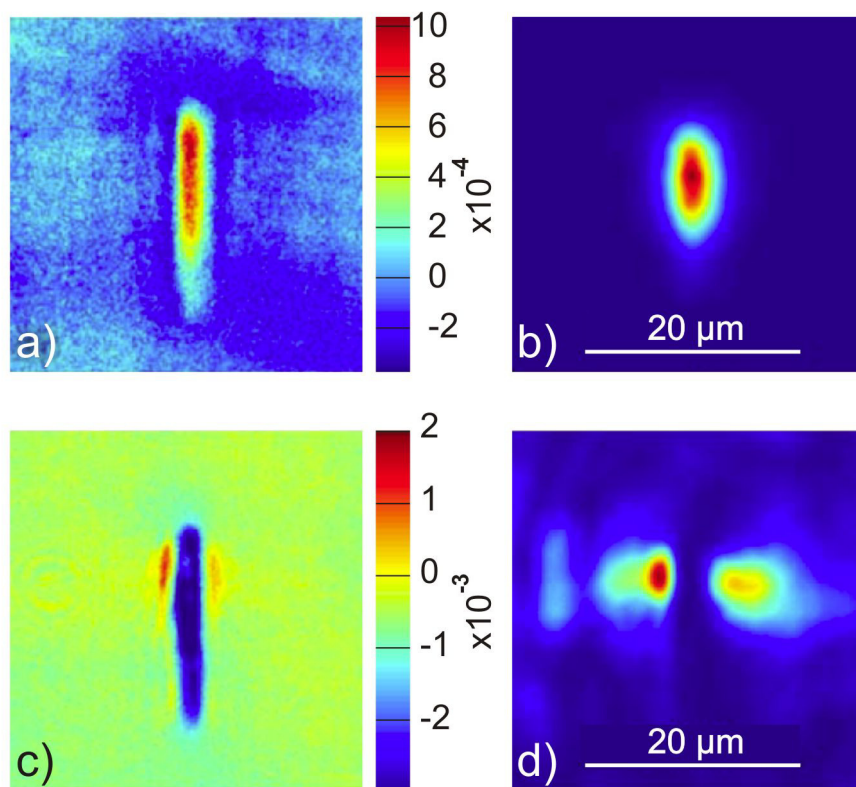


Abbildung 2.15 Erzeugen von verschiedenen Wellenleitertypen in LiNbO_3 bei der gleichen Laser-Pulsenergie von $0,2 \mu\text{J}$. a), b): Bei einer Pulslänge von $\tau = 220$ fs entsteht Typ-I. c), d): Bei einer Pulslänge von $\tau = 1,1$ ps entsteht Typ-II. a), c): Brechzahlprofile mit Abweichungen der Brechzahl n . b), d) Modenprofile der Wellenleiter. Aus [73].

2.3.3 Typ-III: Konstruktion einer Mantelstruktur

Folgender Wellenleitertyp stellt eine Alternative zu Wellenleitern des Typs-II dar, wobei die Wellenleitung nicht stressinduziert erfolgt, sondern durch eine indirekte Brechzahlerhöhung des zentralen Wellenleiterbereichs. Dies geschieht durch Konstruktion eines Mantelbereichs mit erniedrigter Brechzahl, wobei die vom Fs-Laser erzeugten Spuren so angeordnet werden, dass diese durch mehrfache Durchgänge eine röhrenförmige Struktur bilden. Typ-III-Wellenleiter („depressed cladding waveguides“) wurden erstmals in Nd:YAG realisiert [79]. In Abbildung 2.16 ist der Herstellungsprozess von Typ-III-Wellenleiter skizziert. Der umschlossene Bereich im Zentrum hat einen höheren Brechungsindex und ermöglicht eine Lichtleitung durch Totalreflexion am Mantelbereich [51,80]. Der Durchmesser dieser Typ-III-Wellenleiter beträgt typischerweise zwischen 30 μm und 150 μm . Vor allem durch ihre Eigenschaft Licht in TE- und TM-Polarisation gleich gut zu leiten, eignet sich dieser Wellenleitertyp besonders für nichtlineare Anwendungen wie unpolarisiertes Pumpen und Frequenzkonvertierung [51]. Anstatt eines im nächsten Abschnitt beschriebenen Rippenwellenleiters, können auch Typ-III-Wellenleiter an der Grenzfläche zu Luft erzeugt werden, was für Laser-Anwendungen vorteilhaft sein kann [51,80].

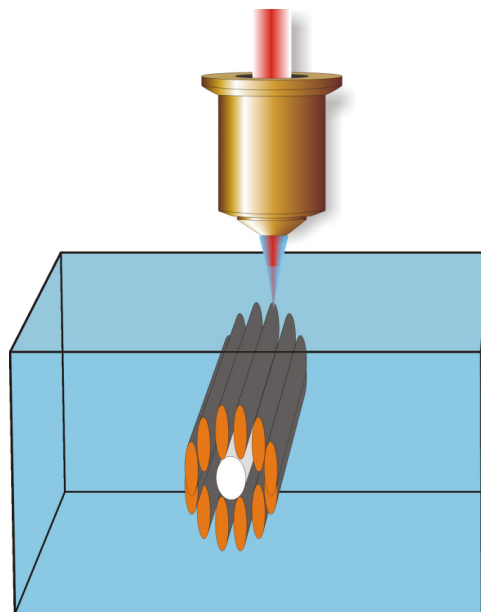


Abbildung 2.16 Typ-III-Wellenleiter: Durch Brechzahlerniedrigung wird durch mehrfache Schreiddurchgänge eine zylindrische Mantelstruktur erzeugt, welche eine Wellenleitung im nicht bearbeiteten Zentrum ermöglicht.

2.3.4 Typ-IV: Ablatierte Rippen-Wellenleiter

Bei der Herstellung von Wellenleiter der Typen I-III wird das Material im Laserfokus durch die Entstehung von Defekten und einer Netzwerkneuordnung lediglich leicht verändert. Für die Herstellung von Typ-IV-Wellenleitern hingegen wird im Laserfokus eine materialspezifisch höhere Energiedichte erzeugt, die eine Zerstörung und Ablation des kristallinen Materials zur Folge hat. Rippen-Wellenleiter entstehen hierbei an der Substratoberfläche durch Abtragen (Ablatieren) lateraler Bereiche (Abbildung 2.17) [51,81]. Diese Typ-IV-Wellenleiter eignen sich für passive und aktive photonische Bauteile wie Wellenleiter, Wellenleiter-Laser und Frequenz-Konverter [51,81]. Hierbei sind die Wellenleitereigenschaften stark abhängig vom verwendeten Material. Ein kritisches Merkmal diesen Wellenleitertyps ist eine starke Abhängigkeit der Transmissionsverluste von der Oberflächenqualität der erzeugten Rippen-Seiten-flächen [51,82].

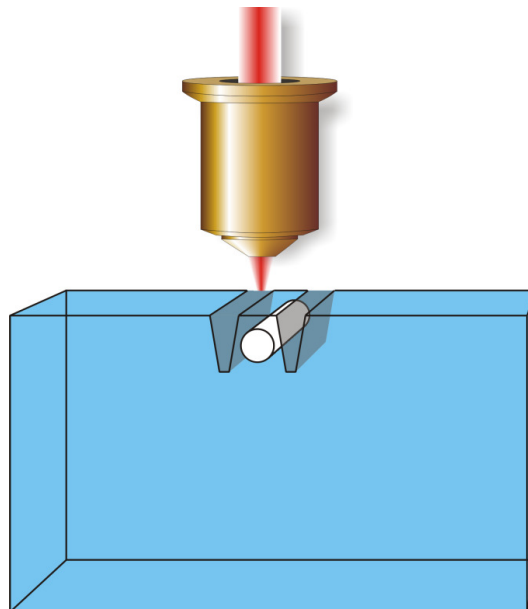


Abbildung 2.17 Typ-IV-Wellenleiter: Durch Ablation wird ein Rippen-Wellenleiter erzeugt. Die Führung des Wellenleiters erfolgt durch Totalreflexion an der Material-Luft-Phase.

3 Experimenteller Aufbau, Herstellungsverfahren und Analysemethoden

Für die Realisierung von neuartigen optischen Strukturen in transparenten Glassubstraten mit Hilfe von Femtosekunden-Laserpulsen wurde eigens eine experimentelle Versuchsanordnung aufgebaut, die in Abbildung 3.1 skizziert ist.

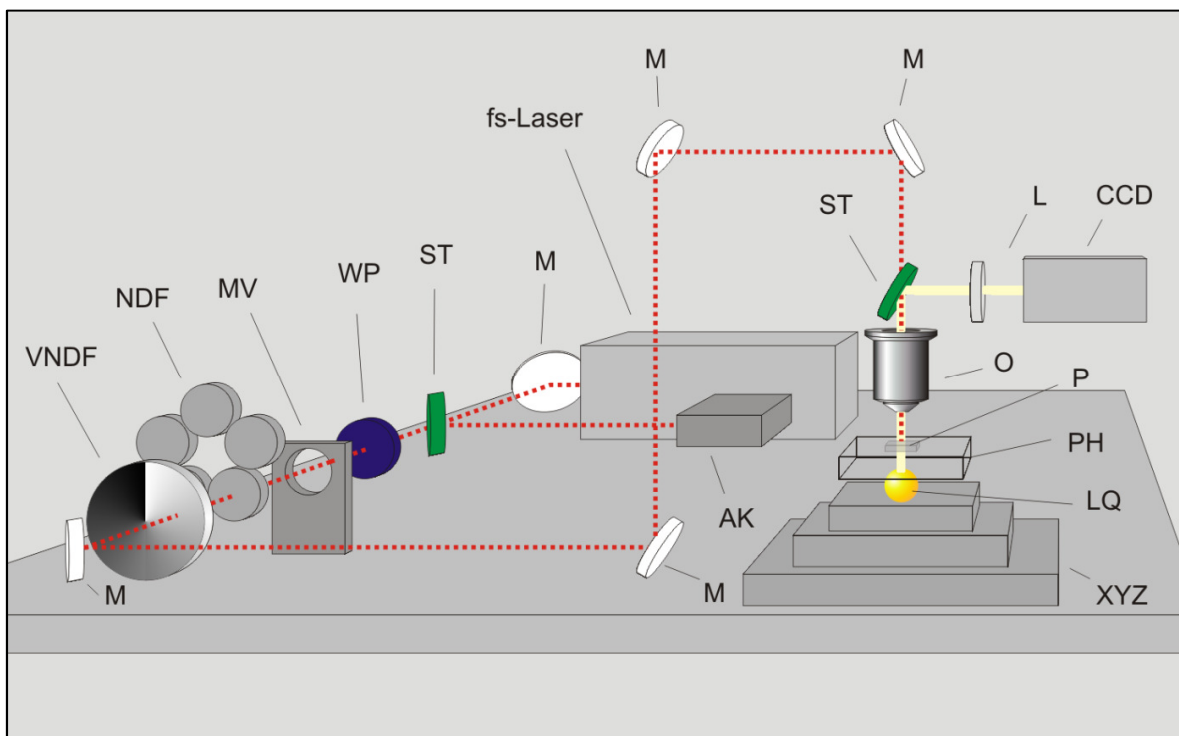


Abbildung 3.1 Experimenteller Aufbau des Femtosekunden-Laserschreibstands. Legende: fs-Laser: Ti:Saphir-Oszillator und regenerativer Verstärker; M: Spiegel; ST: Strahlteiler; WP: $\lambda/4$ -Wellenplatte; MV: Mechanischer Verschluss; NDF: Neutralsdichtefilter; VNDF: Variabler NDF; O: Objektiv; L: Achromatische Linse; CCD: CCD-Kamera; P: Probe; PH: Probenhalter; LQ: Lichtquelle; XYZ: Verschiebetische für x-, y- und z-Richtung; AK: Autokorrelator.

Der Laserstrahl für die Materialbearbeitung passiert zunächst verschiedene Freistrahloptiken. Ein Teil des Laserstrahls wird mit Hilfe eines Strahlteilers abgezweigt und in einen Autokorrelator eingekoppelt, um fortlaufend die zeitliche Länge der Femtosekunden-Laserpulse zu überwachen. Nach Umlenkung über mehrere dielektrische Spiegel, wird der Strahl mit einem Strahlteiler geteilt, sodass maximal $E = 110 \mu\text{J}$ Pulsenergie innerhalb diesen Aufbaus zur Verfügung stehen. Mit einer Lambda/4-Wellenplatte wird das durch den Laser linear polarisierte Licht in zirkular polarisiertes Licht transformiert. Ein Software-gesteuerter elektro-mechanischer Verschluss (*SH05, Thorlabs GmbH*) wird zum Schalten des Lasers eingesetzt, da

während der Bearbeitung der Proben der Laserstrahl temporär blockiert werden muss.

Für eine Regelung der Pulsenergie werden variabel einstellbare Neutraldichtefilter verwendet. Der Laserstrahl wird schließlich in den Laserschreibstand eingekoppelt, der in Kapitel 3.2 beschrieben wird.

3.1 Lasersystem und Laserpulsdiagnostik

Das Femtosekunden-Lasersystem besteht aus einem modengekoppelten Ti:Saphir-Oszillator und einem nachgeschalteten Verstärker. Die Pulsenergien des Ti:Saphir-Oszillators sind für dessen Anwendung zur Mikro-Materialbearbeitung mit 10 nJ jedoch viel zu niedrig. Daher wurde ein regeneratives Ti:Saphir-Verstärker-System zur Erhöhung der Pulsenergien, mittels einer sogenannten „chirped pulse amplifikation“ (CPA) verwendet.

Laser-Oszillator

Das Lasermedium Saphir mit Dotierungen von Ti^{3+} -Ionen eignet sich sehr gut für die Erzeugung von ultrakurzen Laserpuls. „Durch die starke Kopplung zwischen dem Energieniveau des Übergangsmetalls (Ti) mit dem umgebenden Feld, welches durch die kristalline Umgebung von Al_2O_3 (Saphir) gebildet wird, sind Ti:Saphir-Laser über einen Bereich von mehr als hundert Nanometer durchstimmbar“ [83]. Durch das breite Absorptionsband des Lasermediums im Bereich von $\lambda = 370 \text{ nm}$ bis 670 nm , kann die Energie für den Laser-Prozess durch einen Pumplaser ($\lambda = 532 \text{ nm}$) geliefert werden.

Weiterhin erweist sich beim Ti:Saphir-Kristall als vorteilhaft, dass dieser sowohl als Laser-Medium als auch als Kerr-Medium verwendet werden kann. Moden innerhalb des Resonators mit gleicher Phase, der energetische Peak eines Pulses, führen zu einer temporären Brechzahlerrhöhung im Ti:Saphir-Kristall. Dieser sogenannte Kerr-Effekt induziert eine transiente Sammellinse im Medium, wodurch der Strahl fokussiert wird. Jedoch werden Licht geringer Intensität und die Flanken eines intensiven Pulses dabei nicht fokussiert. Um den unfokussierten Teil des Lichts und dessen unerwünschte CW-Moden zu unterdrücken wird eine Lochblende eingefügt [83].

Ein weiteres Phänomen des Kerr-Effekts ist die sogenannte Selbstphasenmodulation. Dies ist ein nichtlinearer Effekt in einem optisch nichtlinearen Medium, in diesem Fall der Ti:Saphir-Kristall. Durch die zeitliche Amplitudenverteilung des Lichts entstehen verschiedene Phasengeschwindigkeiten in Abhängigkeit der Intensität. Hierdurch moduliert sich der Laser selbst, was bedeutet, dass neue niedrigere und höhere Laserfrequenzen gebildet werden, wobei sich die spektrale Breite des Pulses vergrößert [84]. Der Kerr-Effekt führt durch diese Selbstphasenmodulation außerdem zu einer passiven, temporären Kopplung der longitudinalen Eigenmoden innerhalb der Kavität des Lasers und letztendlich zur Entstehung der ultrakurzen Lichtpulse. Dieser Mechanismus wird daher auch als Kerr-Linsen-Modenkopplung bezeichnet [85].

Eine unerwünschte Folge des Kerr-Effekts ist allerdings die zeitliche Verbreiterung des Laserpulses durch Dispersionseffekte, welche zu zeitlich längeren Laserpuls

wie z.B. einem sogenannten „linearen Chirp“ führt. Ein Laserpuls mit einem Chirp entsteht durch eine lineare Phasenänderung beim Durchgang des Laserpulses durch das Lasermedium (und transparenten Medien) und resultiert in einer zeitlich linearen Verzögerung der Phasengeschwindigkeiten. Dieser Chirp kann durch Verwendung eines Kompressors wie z.B. einer Anordnung aus vier Prismen (bei einem Aufbau mit Spiegel auch nur mit zwei Prismen) kompensiert werden. Typischerweise werden in Femtosekunden-Lasern jedoch Kompressoren aus optischen Reflexionsgittern verwendet, da mit diesen auch Phasenänderungen höherer Ordnung kompensiert werden können.

Der in diesem Aufbau verwendete Oszillator („*Tsunami*“ von *Newport Spectra Physics*) wird bei einer Wellenlänge von $\lambda = 800$ nm betrieben und erzeugt Pulslängen von $\tau = 100$ fs bei einer Repetitionsrate von $f = 80$ MHz.

Regenerativer Verstärker

Die Laserpulse aus dem Oszillator werden als sogenannte „Seed“- Laserpulse verwendet, um durch eine nachfolgende Anordnung im sogenannten regenerativen Verstärker-Laser („*Spitfire*“, *Newport Spectra Physics*) nachverstärkt zu werden. Dazu durchläuft der Seedpuls zunächst einen Strecker, der die Funktion hat, die Puls-Leistungsdichte abzusenken, um einer Schädigung des Lasermediums vorzubeugen. Dies geschieht durch eine dispersive Aufweitung des Laserpulses, beim Durchlaufen des Laserpulses durch eine Gitteranordnung. Anschließend wird der Laserpuls in den Verstärkerlaser eingekoppelt. Der Verstärkerlaser selbst wird durch einen weiteren gütegeschalteten Festkörperlaser (*Empower*, *Newport Spectra Physics*), optisch gepumpt. Der gestreckte Puls wird nun durch mehrmalige Umläufe innerhalb des Verstärker-Resonators bis zu einer Sättigungsenergie verstärkt und anschließend mittels einer Pockelszelle ausgekoppelt. Anschließend wird der verstärkte Puls mit einem Kompressor, dessen optische Komponenten spiegelsymmetrisch zum Strecker aufgebaut sind, wieder auf seine ursprüngliche Pulslänge verkürzt, so dass dieser nun wieder eine Pulslänge von ca. $\tau = 100$ fs aufweist. Die Repetitionsrate der verstärkten Laserpulse beträgt $f = 5$ kHz bei einer mittleren Ausgangsleistung von $P = 1,1$ W, was einer Pulsenergie von $E = 220$ μ J entspricht.

Pumplaser des Oszillators

Der CW-Pumplaser des Oszillators (*Millenia* von *Spectra Physics*) besteht aus einem Resonator, einem Nd:YVO₄-Kristall als Lasermedium und einem Faser-gekoppelten Diodenbarren als Pump-Quelle. Vor dem Ausgang des Lasers befinden sich noch ein Lithiumtriborat (LBO)-Verdopplungs-Kristall sowie eine Teleskop-Optik und ein optischer Shutter. Der CW-Pumplaser liefert eine Ausgangsleistung von $P = 10,4$ W bei einer Wellenlänge von $\lambda = 532$ nm.

Pumplaser des Verstärkers

Der Pumplaser (*Empower* von *Spectra Physics*) des regenerativen Ti:Saphir-Verstärkers besteht aus einem Nd:YLF-Stab und wird seinerseits von einer Reihe von Dioden Lasern optisch gepumpt. Durch einen akustooptischen Modulator (AOM) wird der Laser aktiv gütegeschaltet. Ein eingebrachtes Gitter erzeugt hierbei hohe Verluste (geringe Güte) im umlaufenden Licht innerhalb des Resonators. Hierdurch wird die Lasertätigkeit verhindert und das Lasermedium erhält eine maximale Besetzungsin-

version. Im Moment des Schaltens steigt die Güte und ein sprunghafter Anstieg der Photonenzahl im Lasermedium führt zu einem maximal verstärkten Laserpuls.

Das erzeugte infrarote Licht bei $\lambda = 1053 \text{ nm}$ wird ebenfalls durch einen LBO zu $\lambda = 527 \text{ nm}$ frequenzverdoppelt.

Autokorrelator

Um den Pulsbetrieb als solchen und die Pulsdauer des Lasersystems nach dem Verstärker zu kontrollieren, muss ein Messsystem verwendet werden, welches in der Lage ist, ultrakurze Pulse mit Pulslängen von wenigen Femtosekunden zu analysieren. Dies ist durch eine rein elektronische Messanordnung wie z.B. bei schnellen Photodioden, nicht zu realisieren, da diese viel zu langsam reagieren bzw. elektrische Signale im Piko- bis Nanosekundenbereich generieren, so dass eine Diskriminierung von kürzeren Lichtpulsen nicht möglich ist. Um diese kurzen Ereignisse messen zu können, werden optische Verfahren wie beispielsweise die Intensitäts-Autokorrelation angewendet [83]. Typischerweise besteht ein Intensitäts-Autokorrelator aus einer Michelson-Interferometer-Anordnung, die den Laserpuls in zwei gleich intensive Teilpulse aufspaltet und diese in einem frequenzverdoppelnden Kristall wieder vereinigt. Die beiden Teilstrahlen verlaufen nicht kollinear sondern parallel und werden durch eine Linse in den Kristall fokussiert. Aufgrund der Phasenanpassungsbedingungen im Kristall entsteht das Autokorrelationssignal räumlich getrennt zu den frequenzverdoppelten Teilstrahlen und kann untergrundfrei gemessen werden. Nach der Aufspaltung durchläuft einer der Pulse eine variable Verzögerungsstrecke, wodurch das frequenzverdoppelte Signal eine Funktion der Zeit wird. Gemessen wird die Autokorrelationsfunktion $I_{AK} \propto \int_{-\infty}^{+\infty} dt I(t)I(t + \tau)$ mit einer Photodiode, wobei $I(t + \tau)$ die Intensität des mit τ -verzögerten Teilstrahls ist. Nachteilig an diesem Verfahren ist die Messdauer, da das Autokorrelationssignal viele Laserpulse bei unterschiedlichen Positionen der Verzögerungsstrecke messen muss.

Einzel-Schuss-Autokorrelator

Für die Messung der Laserpulsdauer wurde in dieser Arbeit ein sogenannter Einzel-Schuss-Autokorrelator (*ASF-20, Topag Lasertechnik GmbH*) verwendet. Ein Einzel-Schuss-Autokorrelator ist eine Modifikation des oben beschriebenen Autokorrelators. Im Unterschied zum herkömmlichen Aufbau wird beim Einzel-Schuss-Autokorrelator anstelle einer Photodiode eine CCD-Kamera verwendet und das Interferogramm des Autokorrelationssignals erfasst. Weiterhin werden auch die Interferometerarme nicht bewegt. Zwei aufgetrennte Strahlwege werden in einen optisch nichtlinearen Kristall („second-harmonic generation“ SHG-Kristall) nicht-kollinear fokussiert. Die Strahlwege kreuzen sich dabei innerhalb des Kristalls. In Abhängigkeit von der Pulsdauer ändert sich die raumzeitliche Überlappung innerhalb des Kristalls. Dies bewirkt eine Änderung des frequenzverdoppelten Signals und dessen räumlicher Intensitätsverteilung, welche mit der CCD-Kamera gemessen wird. Somit kann mit nur einem Laserpuls die Pulsdauer bestimmt werden, was den Messvorgang erheblich verkürzt (Abbildung 3.2).

Dispersionskompensation

Die kürzesten, mit Hilfe des Einzel-Schuss-Autokorrektors gemessenen Pulsdauern betrugen 80 fs. Bei der Interaktion des Lichtstrahls mit den verschiedenen optischen Komponenten (z.B. Linsen und Spiegel) auf dem Strahlweg zwischen Laserausgang und der Probe treten lineare Dispersionseffekte auf. Dies bedeutet, dass die hochfrequenten Anteile des Pulses gegenüber den niederfrequenten Anteilen eine unterschiedliche Phasenverschiebung erfahren, die zu einer längeren Pulsdauer (linearer positiver Chirp) führen. Im Gitter-Kompressor des Verstärkers kann die Phase des Laserpulses gezielt so eingestellt werden, dass ein linearer negativer Chirp entsteht, welcher die auftretende Dispersion kompensiert und somit den kürzest möglichen Lichtpuls am Probenort gewährleistet.

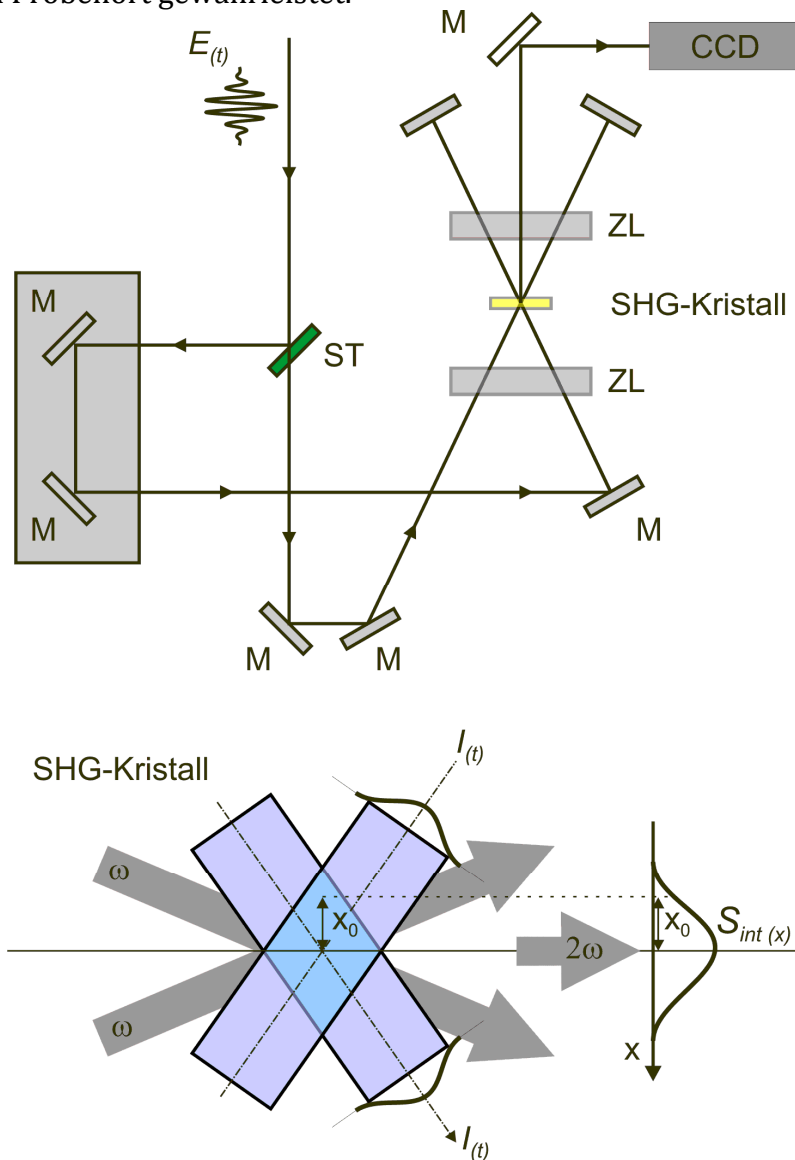


Abbildung 3.2 Oben: Aufbau eines Einzel-Schuss-Autokorrektors. $E(t)$: Elektrisches Feld des fs-Pulses; BS: Strahlteiler; M: Spiegel; ZL: Zylinder Linse; CCD: Kamera. Unten: Detail-Ausschnitt des SHG-Kristalls. Im Bereich einer raumzeitlichen Überlappung findet eine Frequenzverdopplung statt. Hierdurch wird die zeitliche Autokorrelation in eine räumliche Intensitätsverteilung ($S_{int}(x)$) entlang der x-Achse umgewandelt. Aus [86].

3.2 Laser-Schreibstand

Durch den Laserschreibstand können verschiedene transparente Proben-Materialien mit dem Femtosekunden-Laser bearbeitet werden, wobei der Laserstrahl in eine Probe mit polierten planparallelen Oberflächen fokussiert wird. Das Probenmaterial wird dabei mit einer definierten Geschwindigkeit mit drei computergesteuerten Präzisionsachsen bewegt. Alle drei Achsen sind orthogonal zueinander orientiert, sodass dreidimensionale Strukturen erzeugt werden können. Der experimentelle Aufbau für das Direkteinschreiben von Wellenleitern und Bragg-Gittern ist in Abbildung 3.1 und Abbildung 3.3 zu sehen.

Der Laserstrahl wird zunächst in einen Mikroskopaufbau geleitet, bestehend aus einem Strahlteiler, Mikroskopobjektiv und einer Stellschraube zur manuellen Feinjustage in z-Richtung. Die Feinjustage dient insbesondere zur Definition der Null-Position der z-Koordinate. Hierbei wird der Laserfokus auf die Oberfläche der Probe justiert. Als fokussierende Optik wurde jeweils ein 10×-, 20×- und 40×-Objektiv verwendet. In den Strahlengang vor dem Objektiv wurde ein 50/50-Strahlteiler eingebracht, um die Beobachtung der Probe und der Strahllage des Lasers auf der Probe mittels einer CCD-Kamera zu ermöglichen.

Um die Probe ausreichend zu beleuchten, wurde eine weiße LED-Lampe mit verstellbarer Blende unterhalb einer transparenten Plexiglas-Platte montiert, auf der die Proben fixiert werden. Das Bild des Objekts wird durch das Mikroskopobjektiv in zum Laserstrahl entgegengesetzter Richtung vom Strahlteiler auf die CCD-Kamera gelenkt. Für eine scharfe Abbildung auf dem CCD-Chip, ist der Kamera eine achromatische Linse vorgeschaltet. Mit Hilfe einer Blende an der LED kann die Tiefenschärfe des Kamerabildes eingestellt werden.

Das von der Probe reflektierte und gestreute Laserlicht kann gleichzeitig mit der Abbildung des Objekts in der Kamera beobachtet werden. Damit wird eine visuelle Echtzeitkontrolle während des Laser-Schreibens in der Probe ermöglicht und erleichtert die Einstellung der Position des Laser-Fokuspunkts in Bezug zur Probe.

Für die hochpräzise Bewegung der Probe in x-, y-, und z-Richtung unter dem Fokus wurden motorisierte Linearachsen (*XMS160*, *XMS50* und *M-VP-5ZA*, *Newport Spectra-Physics GmbH*) auf Basis von Kreuzkugellagern verwendet. Die maximalen Distanzen, die mit den Linearachsen angefahren werden können betragen 160 mm (x), 50 mm (y) und 5 mm (z). Die bidirektionalen Wiederholgenauigkeiten betragen $w = \pm 0,04 \mu\text{m}$ (x, y) und $w = \pm 0,25 \mu\text{m}$ (z).

3.3 Experimenteller Aufbau für die Laser-Materialbearbeitung

Die Ansteuerung von Linearachsen erfolgte über einen Controller (*Newport Spectra-Physics GmbH*) und einem PC mit der Programmiersprache *LabVIEW* (*National Instruments Germany GmbH*). Zur Berechnung der Achsenbewegung für das Schreiben von Wellenleitern und Bragg-Gittern wurde eine Funktion des Linearachsen-Controllers genutzt. Hierbei werden Koordinaten (Stützstellen) von Kurven und Geraden in stückweise stetige Polynome, sogenannte Spline-Funktionen, umgerechnet. Als Folge entstehen „geglättete“ Kurven. Die Bewegung der Probe im Fokus des Laserstrahls bewirkt eine punktartige Strukturierung im Material, da der Laser gepulst arbeitet. Durch die geeignete Wahl der Fahrgeschwindigkeit können die erzeugten Punktstrukturen überlappend angeordnet werden, so dass auch kontinuierliche Linienstrukturen erzeugt werden können. Bei einer Wiederholrate von $f = 5$ kHz und einer gleichförmigen Bewegung von beispielsweise $v = 1$ mm/s ergibt sich ein Punkt-zu-Punkt-Abstand von $0,2 \mu\text{m}$ und liegt damit unterhalb der geometrischen Größenordnung des Laserfokuses von $1 \mu\text{m}$ (bei Verwendung eines $20\times$ -Objektivs). Durch diese Überlappung entsteht eine gleichmäßige linienförmige Struktur. Für eine homogene Linienstruktur ist eine konstante Proben-Geschwindigkeit sowie eine konstante Pulsenergie und Pulslänge der Laserpulse erforderlich.

3.3.1 Probenhalterung am Schreibstand

Als Auflageplatte für die planaren Proben wurde eine transparente Plexiglasplatte verwendet. Plexiglas weist ein geringes Gewicht auf und bietet die Möglichkeit, die Proben zu beleuchten. Die Platte hat eine Dimension von $135 \text{ mm} \times 165 \text{ mm} \times 10 \text{ mm}$ und ist über Metallpfosten mit den xyz-Präzisionsachsen fest verbunden. Zwischen den Achsen und der Plexiglasplatte ist eine LED mit Irisblende für die Beleuchtung des Objekts (und zur Beobachtung mit der CCD-Kamera) befestigt. Die Proben werden für die Laserbearbeitung direkt auf die Plexiglasplatte gelegt, an Metallanschlügen ausgerichtet und durch eine Klemmarretierung fixiert (Abbildung 3.3). Für die Bearbeitung der Proben aus Ultradünnglas (siehe Kapitel 4.2.1.2) mit einer Dicke von $100 \mu\text{m}$ wird, um eine Deformation (gewellte Oberfläche) der dünnen Proben zu verhindern, zusätzlich ein BK7-Glassubstrat mit einer hohen Oberflächenqualität als Unterlage eingesetzt. Dünnglasproben werden mit einer sehr geringen Menge Ethylenglykol mit der BK7-Unterlage über die gesamte Probenfläche verbunden. Die Haftung kommt durch die entstehende Adhäsionskraft zwischen den Gläsern und des dazwischenliegenden Ethylenglykols zustande. Nach der Laserbearbeitung der Ultradünnglas-Probe kann diese entweder mechanisch oder durch Erwärmung von der BK7-Unterlage getrennt werden.

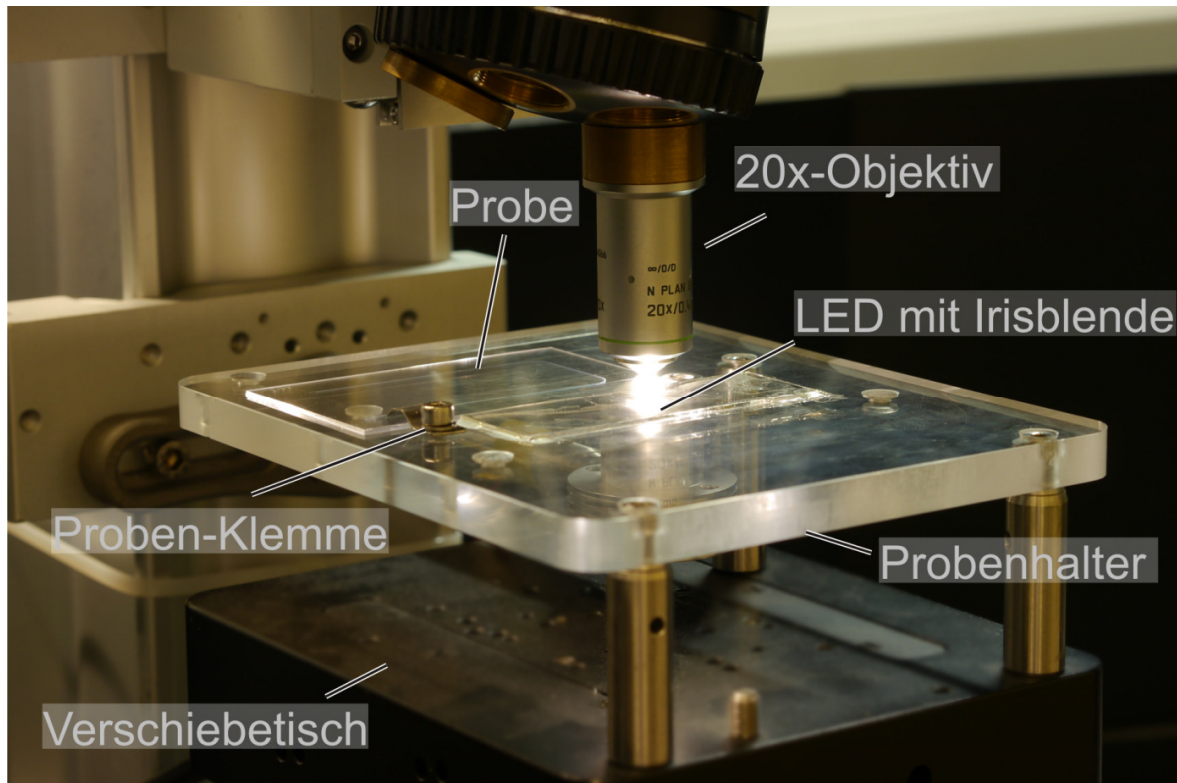


Abbildung 3.3 Probenhalter, der auf dem xyz-Verschiebetisch montiert ist.

3.4 Proben-Präparation und Faserankopplung

3.4.1 Präparation der Glas-Proben

Glasproben werden vom Hersteller meist mit einer Fase (abgeschrägte Fläche) an den Kanten oder mit einer schlechten Oberflächenqualität der Endflächen geliefert. In diesen Fällen muss die Kantenfläche glatt geschliffen werden. Auch nach einem Zuschnitt der Proben mit einer Trennmaschine, werden die Endflächen anschließend geschliffen. Um die Glasscheiben in den Maschinen einspannen zu können, müssen diese zuvor auf einen Keramikträger geklebt werden.

Zum Trennen wurde ein automatischer Präzisionstrenner von *Buehler* mit Wasserkühlung verwendet. Die verwendete Trennscheibe hat einen metallischen Grundkörper mit eingebetteten Industriediamanten und weist einen Durchmesser von 200 mm und eine Dicke von 1 mm auf. Für ein optimales Ergebnis wurde in Abhängigkeit der Probendicke eine Rotation der Trennscheibe von 2000-4000 Umdrehungen/Minute gewählt. Die Proben wurden in spezifische Halter eingespannt und Trenn-Maße mit einer verbundenen Mikrometerschraube justiert. Während des Trennungsvorgangs sorgte ein automatischer Vorschub für eine gleichmäßige Trennfläche.

Zum Schleifen der Oberfläche wurde Siliciumcarbid (SiC) Nassschleifpapier von *Buehler* mit einer Körnung von P600 bis P4000 der FEPA-Norm (*Fédération Européenne des Fabricants de Produits Abrasifs*) verwendet. Beim Schleifen wurden zuerst grobe Unebenheiten und Kratzer mit der größten Körnung entfernt. Anschließend wurden zur Erzielung einer Oberfläche mit der höchsten Oberflächenqualität mehrere Schleifdurchgänge mit verschiedenen Schleifpapieren sukzessiv höherer Körnung wiederholt. Die hierbei verwendeten Körnungen der Schleifpapiere waren P600, P1200, P2500 und P4000.

Glasproben mit geringeren Dicken als 0,5 mm konnten nicht geschliffen werden und wurden daher angeritzt und gebrochen. Unebenheiten der Kanten und Endfacetten führen üblicherweise zu leichten Verlusten beim späteren Einkoppeln des Lichtes mit einer optischen Glasfaser. Zur Vermeidung von Luftspalten zwischen Faserende und Endfacette wurde Index-Matching Gel oder UV-aushärtender Kleber (für eine dauerhafte Bindung) verwendet.

3.4.2 Faserankopplung

Die Verbindung von einer Lichtquelle oder einem Spektrometer mit einem Wellenleiter in einer transparenten Probe erfolgte über eine Glasfaser, die an der Kante der Probe so positioniert wird, dass das Licht direkt vom Faserende in den gegenüber liegenden Wellenleiter Einkoppeln kann (Ende-zu-Ende-Ankopplung). Auftretende optische Verluste durch das Ankoppeln hängen dabei sehr empfindlich von der Ausrichtung der Glasfaser zu dem Wellenleiter in der Probe ab. Um diese zu mindern wurde eine spezielle Vorrichtung unter einem Durchlichtmikroskop (Kapitel 3.5.1) eingerichtet. Dieser Aufbau für die Fasereinkopplung besteht aus einem 5 mm dicken Aluminium-Breadboard und zwei XYZ-Verschiebetischen (*MAX312D/M Thorlabs GmbH*). Ein Verschiebetisch, dient dem Ende-zu-Ende-Ankoppeln einer Glasfaser an

der Eingangsseite der Probe. Ein weiterer Verschiebetisch dient dem Ende-zu-Ende-Ankoppeln auf der Ausgangsseite der Probe. Der Verschiebetisch auf der Ankoppelseite ist mit Piezo-elektrischen Aktuatoren versehen, um die Präzision beim Einkoppeln der optischen Faser zu erhöhen. Um die Glasfasern auf den Verschiebetischen zu fixieren wird ein offen gelagertes Faser-Spannfutter verwendet. Aus diesem können Glasfasern, die an die Probe geklebt werden, nachträglich seitlich entfernt werden, was bei vielen anderen Faserhaltern nicht möglich ist. Als Lichtquelle für die anzukoppelnde Glasfaser werden Superlumineszenzdiode („superluminescent light emitting diode“, SLED) mit einer zentralen Wellenlänge von $\lambda = 840 \text{ nm}$ und 1550 nm verwendet. Wird das Licht der optischen Faser in den geschriebenen Wellenleiter der Probe eingekoppelt, kann das Licht in Transmissionsrichtung analysiert werden. Zur Analyse in Transmissionsrichtung werden je nach Anwendung zwei Konfigurationen verwendet:

a) Ankopplung einer Glasfaser auf der Ausgangsseite: In Transmission können sowohl Bragg-Gitter mit einem Spektrometer oder die Transmissions-Leistung/Dämpfung mit einem Powermeter bestimmt werden. Für eine vereinfachte Justage wird hierbei eine Mehrmoden-Faser mit $50\text{-}100 \mu\text{m}$ Kerndurchmesser verwendet. Hierdurch werden Fehler durch Dejustage und Verluste durch geringe Oberflächenqualität minimiert, die zu Messfehler bei der Leistungsbestimmung und Dämpfungsmessung in Transmission führen würden.

b) Freistrahl-Abbildung (Abbildung 3.4) der Endfacette auf eine CCD-Kamera: Hierbei wird eine optische Nahfeld-Abbildung auf dem CCD-Sensor mit Hilfe einer Sammellinse erzeugt. Die Analyse der Abbildung ermöglicht eine Beurteilung der Wellenleiter-Geometrie und -Qualität. Weiterhin kann anhand der Abbildung der Endfacette mit Wellenleitung die Justage der Einkopplung an der Eingangsseite der Probe einfach kontrolliert werden.

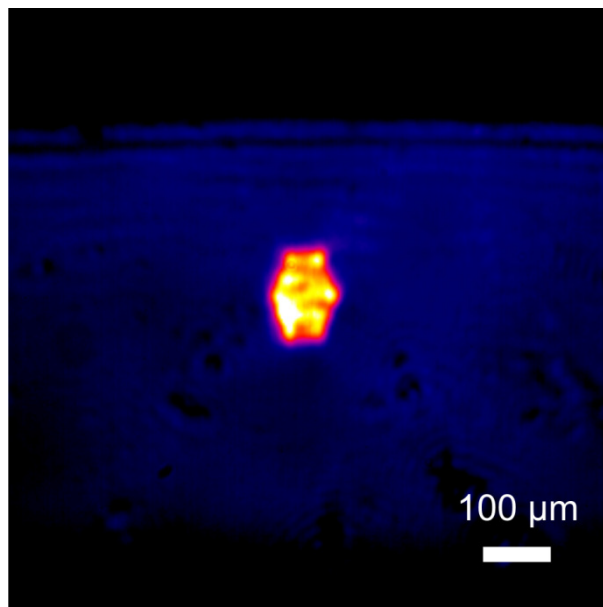


Abbildung 3.4 Nahfeld-Abbildung der Proben-Endfacette auf eine CCD-Kamera. Gelbe Struktur: Modenfeld eines Multimode-Wellenleiters mit einem Durchmesser von $50 \mu\text{m}$.

3.4.3 Fixierung der Glasfasern mit den Proben

Die präzise Fixierung einer Glasfaser mit einer Probe stellt eine Herausforderung dar, da alle lichthärtenden Klebstoffe während des Aushärtens einem Schrumpfungsprozess unterworfen sind. Dies kann beim Klebeprozess zur Dejustage, optischen Verlusten oder Bruch der Faser führen. Um dies zu vermeiden wurde ein Fixierverfahren entwickelt, welches Schrumpf-Effekte stark reduziert und die Fixierstelle gleichzeitig gegen eine Beschädigung durch Querkräfte schützt.

Vor der Ankopplung der Glasfaser wird mit einer Faser-Abmantelungszange die Acrylat-Schutzbeschichtung der Faser auf einer Länge von 1-2 cm entfernt. Das Faserende wird anschließend mit Hilfe eines Faserbrechgeräts gebrochen, um einen 90°-Faserbruch zu erzeugen. Ein Vorteil bei der Verwendung eines Faserbrechgeräts ist, dass die Faser sehr kurz (0,5 mm) vor dem Übergang von dem abgemantelten Bereich zur Schutzbeschichtung gebrochen werden kann. Bei der Fixierung der Faser mit der Probe kann das kurze abgemantelte Faserstück relativ einfach mit Klebstoff umhüllt werden, wodurch die Verbindung gegenüber Querkräften geschützt wird.

Um eine dauerhafte Verbindung zwischen der Glasfaser und der Probe herzustellen, wird die Probe an der Eingangsseite zunächst, wie im vorigen Kapitel (3.4.2) beschrieben, angekoppelt. Hierbei wird jedoch kein Index-Matching-Gel verwendet. Es wird die Faser nur mit der x-Achse (parallel zur Faser und zum Wellenleiter) wieder auf maximale Entfernung zurück bewegt, um den Kleber an der Faserspitze auftragen zu können. Dort wird mit Hilfe eines spitzen Werkzeugs eine sehr geringe Menge transparenter Klebstoff (*OP-4-20632-GEL*, *Dymax Europe GmbH*) angebracht. In diesem Zusammenhang ist darauf zu achten, dass die Klebstoffmenge nur an der Faserspitze anheftet und diese tropfenförmig umhüllt.

Anschließend wird die x-Achse wieder zurück an die Probe gefahren und auf eine maximale Lichteinkopplung ausgerichtet. Bei Verwendung von Bragg-Gittern wird auf eine maximale Intensität des reflektierten Bragg-Gitter-Signals justiert. Nach dem Aushärten mit Licht (*BlueWave 75 UV-Punktstrahler*, *Dymax Europe GmbH*) werden mehrmals kleine Mengen Klebstoff an der Verbindungsstelle aufgebracht und nacheinander ausgehärtet.

Zum Schutz der Klebestelle wird ein anderer Klebstofftyp (*OP-67-LS*, *Dymax Europe GmbH*) mit sehr geringerem Schrumpf („linear shrinkage“, $s = 0,08\%$) verwendet. Dieser enthält mineralische Füllstoffe und ist daher nicht transparent. Beim Auftragen und Aushärten des Klebers muss darauf geachtet werden, dass die auszuhärtende Menge Kleber nicht zu groß ist und der Kleber in kreisförmigen Flächen verteilt wird, da sonst Spannungen entstehen können, welche zur Dejustage oder Lösen der Verbindung führen können. Eine Verbindung zwischen Glasfaser und Glasproben ist in Abbildung 3.5 zu sehen.

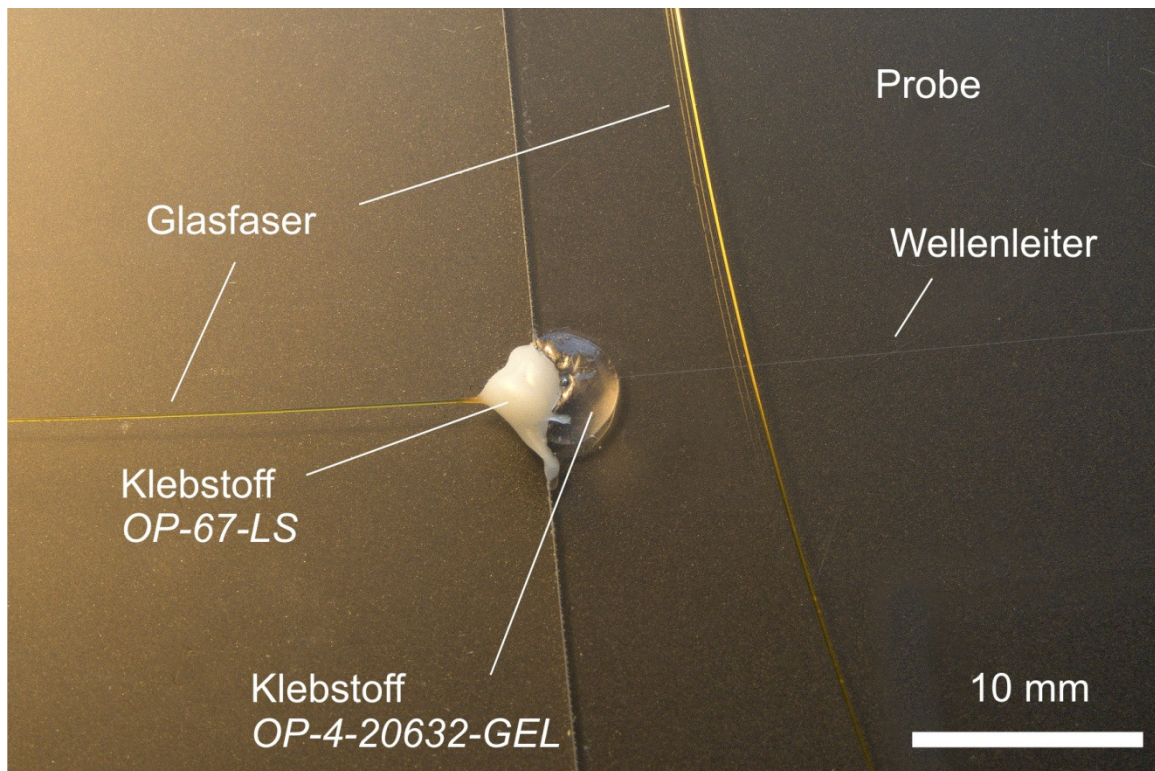


Abbildung 3.5 Dauerhafte Fixierung der Verbindungsstelle von Glasfaser und Glas-Proben mit Wellenleitern. Die verwendeten Klebstoffe werden in mehreren Arbeitsschritten in geringen Volumina aufgetragen und mit UV-Licht ausgehärtet. Der Klebstoff *OP-4-20632-Gel* (*Dymax*) dient aufgrund seiner optischen Eigenschaften der Verbindung von optischen Komponenten. Der Klebstoff *OP-67-LS* (*Dymax*) hat einen sehr niedrigen Schrumpf und wird als letzter Arbeitsschritt zum Schutz der Verbindungsstelle aufgetragen und ausgehärtet.

3.5 Analyse der Wellenleiter und Bragg-Gitter-Strukturen

3.5.1 Mikroskopische Analyse der Strukturen

Zur Justierung, visuellen Beurteilung der Laser-bearbeiteten Proben und Vermessung der Strukturen wurde ein Durchlichtmikroskop (*Nikon GmbH Eclipse TE2000U*) verwendet.

Der Präparate-Tisch des Mikroskops ist in x- und y-Richtung mit Handschrauben verschiebbar. Zur Verschiebung der z-Richtung wird ein motorisierter Fokus-Antrieb, *PS3H122R* mit Controller (*Prior Scientific, Inc.*) verwendet. Der Fokus-Antrieb erlaubt eine Fokussiergenauigkeit von 1 μm .

Bei der verwendeten Optik handelt es sich um ein 20 \times -Mikroskopobjektiv (*CFI Plan Fluor 20 \times , Nikon GmbH*). Für die Untersuchung von Proben mit Strukturen geringen Kontrasts kann dem Strahlengang zudem ein optischer Differenzialinterferenzkontrast (DIC) hinzu geschaltet werden. Hierbei wird der einfallende Strahl durch ein Wollastonprisma in zwei zueinander senkrecht polarisierten Teilstrahlen aufgeteilt. Die Teilstrahlen weisen einen Versatz unterhalb der Auflösungsgrenze des Mikroskopobjektivs auf und werden in unterschiedlichen Winkeln durch die Probe geführt. Dort erfahren die beiden Teilstrahlen aufgrund einer vorhandenen Polarisationsabhängigkeit der Probe eine Phasenverschiebung zueinander. Bei der Zusammenführung der Teilstrahlen entsteht durch Interferenz ein Mikroskopbild mit erhöhtem Kontrast.

Zur Darstellung und Speicherung von Mikroskopbildern wurde eine am Mikroskop befindliche CCD-Kamera und die Software *Nis-Elements* (*Nikon GmbH*) verwendet.

3.5.2 Dämpfungsbestimmung von integrierten Wellenleitern

Die Verluste durch Streuung und Absorption des Lichts innerhalb eines Wellenleiters spiegeln sich in der Höhe der Transmissionsdämpfung („propagation loss“) wider. Zu deren Ermittlung existieren verschiedene Methoden, die jedoch bei Probenlängen $\leq 50\text{ mm}$ und Dämpfungen $\alpha \leq 1\text{ dB/cm}$ große Messunsicherheiten aufweisen [60].

Optische Verluste und Dämpfung

Zunächst werden die Begriffe Verluste und Dämpfung unterschieden: Verluste sind Leistungsabschwächungen, deren Werte mit dB angegeben werden. Bei Dämpfungen handelt es sich um Verluste, die sich auf eine Länge beziehen und mit $\alpha = \text{dB/cm}$ definiert sind.

Der Gesamtverlust („insertion loss“) beinhaltet alle Verluste die zwischen dem Faser-ausgang der Lichtquelle bis zum Auftreffen des Lichts am Detektor enthalten sind.

Der Ankoppelverlust („coupling loss“) wird definiert als optischer Verlust am Übergang zwischen der angekoppelten (beziehungsweise angeklebten) Glasfaser und dem im Substrat befindlichen Wellenleiter. Der Ankoppelverlust entsteht durch verschiedenen große Modenfeld-Durchmesser und einem lateralen Versatz der verbundenen Wellenleiter und deren Modenfeldern.

Die Transmissionsdämpfung („propagation loss“) ist die intrinsische Dämpfung des Wellenleiters im Material pro cm Länge, die durch Streuung an inhomogenen Wellenleiterstrukturen, Rayleigh-Streuung, Mie-Streuung und den Absorptionskoeffizienten des Materials entsteht.

Fabry-Perot-Technik

Bei der Fabry-Perot-Technik bilden die Glas-Luft-Übergänge Spiegel an den Endfacetten der Probe und bilden damit einen optischen Resonator. Aus dem Kontrast der Interferenz-Ringe im Transmissionsspektrum kann die Transmissionsdämpfung bestimmt werden. Geringe Winkelabweichungen zwischen Wellenleitern und den Endfacetten führen dabei jedoch zu hohen Ungenauigkeiten bei Transmissionsdämpfungen $\alpha \leq 1$ dB/cm [60,87].

Video-Technik

Eine einfache Technik, um die Transmissionsdämpfung zu bestimmen ist die laterale Video-Technik, in der das seitliche Streulicht des Wellenleiters über einen CCD-Chip zweidimensional aufgezeichnet und über Integration einzelner CCD-Zeilen digital ausgewertet wird [88]. Fehlerquellen bei dieser Methode sind das geringe Messsignal und das hohe Rauschen, bedingt durch Streulicht. Diese Messmethode eignet sich ab Dämpfungen $\alpha \geq 1$ dB und Probenlängen ≥ 20 mm.

Einzelmessung

Eine Dämpfungsbestimmung mit einer Messunsicherheit im Bereich von $\alpha \leq 0,1$ dB/cm ist möglich, wenn eine sehr lange Probe (≥ 10 cm) zur Verfügung steht, da dann der Beitrag des Transmissionsverlusts im Verhältnis zum Ankoppelverlust sehr hoch ist. Die Transmissionsdämpfung kann in diesem Fall sehr einfach mit einer Einzelmessung ermittelt werden, indem der Wert der Gesamtverluste durch den Wert der Probenlänge dividiert wird. Allerdings bietet diese Methode nur ein oberes Limit der Transmissionsdämpfung, da die Ankoppelverluste und weitere Verluste durch die Glasfasern oder Steckverbindungen vernachlässigt werden, beziehungsweise unbekannt sind [60].

Cut-Back-Technik

Eine verbreitete Methode ist die „Cut-Back-Methode. Hierbei werden Wellenleiter mit unterschiedlicher Länge vermessen. Dies kann durch gleichartige Wellenleiter unterschiedlicher Längen, oder einer langen Probe, die nach jeder Transmissionsmessung gekürzt wird, erfolgen. Der Vorteil dieser Methode ist, dass bei präziser Probenbearbeitung und Justage auch Werte der Transmissionsdämpfung ($\alpha \leq 1$ dB/cm) gemessen werden können.

Diese Methode wurde daher auch für die Dämpfungsbestimmung der Proben, die im Rahmen dieser Arbeit hergestellt wurden, angewendet. Bei den Messungen wurde nur eine Kürzung an Proben mit einer Länge ≥ 4 cm durchgeführt. Die Endfacette der Auskoppelseite wurde nach der Kürzung erneut poliert. Für die Durchführung der Transmissionsmessung wurde der Ausgang einer Einmoden-Glasfaser an der Endfacette des zu vermessenden Wellenleiters positioniert. Durch Verwendung von Index-Matching-Gel wurde ein Glas-Luft-Übergang vermieden und leichte Rauigkeiten der Oberfläche kompensiert. Ein kleinstmöglicher Abstand der Glasfaser zu Endfacette und Wellenleiter wurde durch visuelle Kontrolle mit Hilfe eines Durchlichtmikroskops ermöglicht. An der Ausgangsfläche des geradlinigen Wel-

lenleiters wurde eine Mehrmodenfaser mit 100 µm Kerndurchmesser angesetzt, sodass Verluste aufgrund einer ungenauen Positionierung der Ausgangsfaser oder Oberflächenrauigkeiten an den Endflächen minimiert wurden. Das transmittierte Licht wurde durch einen Detektor am Ende der multimodalen Faser gemessen.

Bei der Messung vor dem ersten Kürzen der Probe wurde die Lichtleistung P_1 bestimmt, die nach Durchlaufen aller optischen Bauteile einschließlich des Wellenleiters noch am Detektor ankommt. Zur Bestimmung der Dämpfung, die allein der Wellenleiter verursacht, wird die Probe nun um eine bestimmte Länge (ΔL) gekürzt. Im nächsten Schritt wird eine zweite Transmissionsmessung P_2 durchgeführt, in der die gekürzte Probe analog zur ersten Messung angeschlossen wird.

Es gilt:

$$P_1 = P_2 10^{-\alpha \Delta L} \quad (3.1)$$

Hieraus ergibt sich für die Dämpfung α , unter Berücksichtigung des Faktors 10 für eine Angabe in Dezibel/cm (dB/cm):

$$\alpha = \frac{10 \log \left(\frac{P_2}{P_1} \right)}{\Delta L} \quad (3.2)$$

Die Werte der Leistungen von P_1 und P_2 wurden nach mehrfacher Messung gemittelt. Bei jeder Messung wurde die Probe erneut in den Messaufbau eingebracht. Aus den Messunsicherheiten von P_1 und P_2 resultierte für die Dämpfung ein Standardfehler $\vartheta = \pm 0,04$ dB/cm, der primär durch geringfügige Änderungen der Faserpositionen in Relation zum Wellenleiter verursacht wurde.

3.5.3 Optische Verluste in gekrümmten Wellenleitern

Für verschiedene Anwendungen wie beispielsweise die Herstellung von 3-dB-Kopplern, ist es notwendig Wellenleiter mit einer gekrümmten Form anzufertigen. Bei der Transmission einer geführten elektromagnetischen Welle durch einen gekrümmten Wellenleiter kommt es zu einer Störung der Wellenfront, was zu einer starken Erhöhung der Strahlungsverluste führen kann [89]. Hierbei ist der minimal zulässige Radius der Krümmung durch die dabei entstehenden Streuverluste limitiert [89].

Zunächst wird die allgemeine Form des exponentiellen Dämpfungskoeffizienten α_K eines gekrümmten Wellenleiters betrachtet, der als Leistungsverlust pro durchquerte Längeneinheit definiert ist [89]:

$$\alpha_K = \frac{-1}{P(z)} \frac{\partial P(z)}{\partial z} \quad (3.3)$$

Mit P als transmittierte Leistung und z als Länge. Hunsperger [89] berechnet aus der allgemeinen Form einen exponentiellen Zusammenhang des Dämpfungskoeffizienten

zum Krümmungsradius unter Berücksichtigung des Streuprozesses, sowie einiger energetischer und geometrischer Annahmen, dessen Ergebnis zusammenfassend in folgende Gleichung mündet:

$$\alpha_K = C_1 \exp^{-C_2 R} \quad (3.4)$$

Mit C_1 und C_2 als Konstanten, welche von der Dimension des Wellenleiters und der Form der optischen Mode abhängen, sowie dem Krümmungsradius R des Wellenleiters.

Für gekrümmte Wellenleiter mit einer Dämpfung von $\alpha = 0,1$ dB/cm wurden die Radien für Wellenleiter mit unterschiedlichen Brechzahlkontrasten berechnet [89–91], welches in Tabelle 3.1 dargestellt ist.

Material	Brechungsindex Wellenleiter (n)	Brechungsindex Umgebung (n)	Dämpfung α (dB/cm)	Radius R
1	1,5	1,00	0,1	4,21 μm
2	1,5	1,485	0,1	0,78 cm
3	1,5	1,4985	0,1	10,4 cm

Tabelle 3.1 Verluste in Wellenleitern in verschiedenen optisch transparenten Materialien in Bezug zu Material- und Wellenleiterparametern sowie Krümmungsradien. Aus [89–91]

Hierbei fällt auf, dass für Wellenleiter mit einem geringen Brechungsindexkontrast die Krümmungsradien sehr groß gewählt werden müssen, damit die durch die Krümmung verursachten Verluste gering bleiben.

Bezüglich der Dämpfung von Wellenleitern mit verschiedenen Krümmungsradien wurde eine exponentielle Zunahme der Dämpfungswerte experimentell nachgewiesen (Kapitel 5.1, Abbildung 5.2).

Wie bei geraden Wellenleiterformen, steigt die Dämpfung auch in gekrümmten Wellenleitern linear mit der Länge z wie in Gleichung (3.3) ersichtlich.

3.5.4 Bestimmung des Brechzahlkontrasts zwischen Wellenleiter und Substrat

Zur experimentellen Bestimmung der Brechzahldifferenz zwischen Wellenleiter und Substrat wurde die Fernfelddivergenz-Messmethode. Hierzu wird eine monochromatische Lichtquelle in den zu untersuchenden Wellenleiter eingekoppelt. Die Wellenlänge des Lichtes wird so gewählt, dass dieses mit der Grundmode im Wellenleiter geführt wird und somit eine (näherungsweise) gaußförmige Feldverteilung im Wellenleiter besitzt. An der Austrittsfläche eines Wellenleiters tritt das Licht kegelförmig divergent aus und trifft auf einen CCD-Chip der Kamera (Abbildung 3.6). Der Öffnungswinkel des Austrittskegels hängt von der numerischen Apertur des Wellenlei-

ters ab. Aufgrund der für Einmoden-Wellenleiter typischen, etwa gaussförmigen Intensitätsverteilung, entsteht auf dem CCD-Chip ein kreisrundes Bild des Strahls. Der Durchmesser wird bei einer gaussförmigen Verteilung der Lichtintensität über zwei Punkte definiert, deren Intensität gegenüber des Maximums im Zentrum um den Faktor $\frac{1}{e^2}$ (0,135) abgefallen ist.

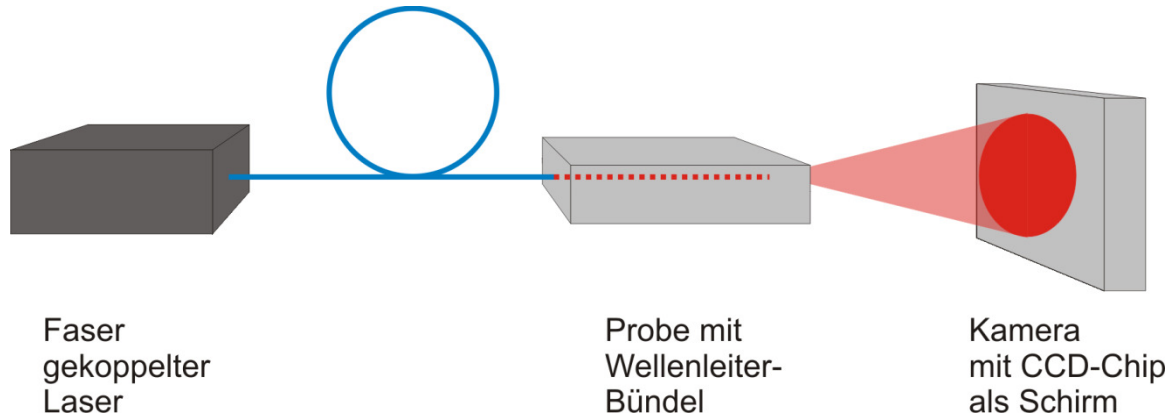


Abbildung 3.6 Schematische Darstellung des experimentellen Aufbaus für die Fernfelddivergenzmessung. Die NA des Wellenleiters wird berechnet aus dem Strahldurchmesser auf dem Schirm (CCD-Chip) und dem Abstand zur Endfacette der Probe.

Wie in Abbildung 3.7 ersichtlich, wird die numerische Apertur eines rotationssymmetrischen fokussierenden Elements bestimmt über den Abstand φ (Brennweite), dem geometrischen Durchmesser D und dem Brechungsindex der Umgebung n :

$$NA = n \sin \theta = \frac{\varphi}{D} \quad (3.5)$$

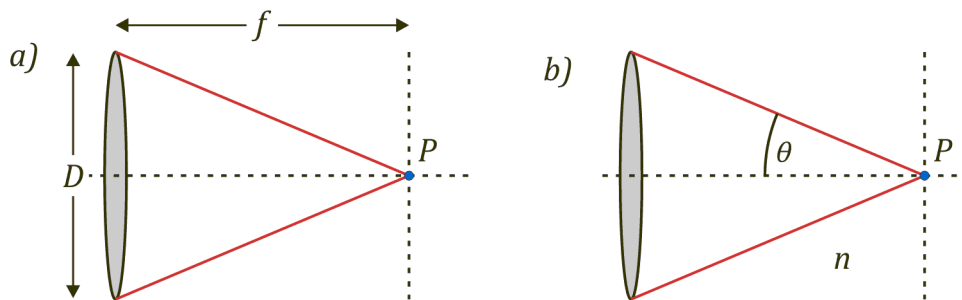


Abbildung 3.7 Die numerische Apertur in Abhängigkeit eines Punktes P, der Brechzahl der Umgebung n und dem b) Halbwinkel θ des austretenden Lichtkegels.

Für einen rotationssymmetrischen Wellenleiter lässt sich ebenfalls für die Aus- und Eintrittsfläche eine NA angeben, die durch den Winkel der Totalreflexion innerhalb der Glasfaser bestimmt ist. Durch das Snelliussche Brechungsgesetz ist der Übergang eines Strahls von einem Medium in ein anderes Medium (vergl. Abbildung 3.8) gegeben mit:

$$n \sin \theta_{Max} = n_{WL} \sin \theta_r \quad (3.6)$$

Mit n_{WL} : Brechzahl des Wellenleiters; θ_{Max} : maximaler Eintrittswinkel für die Totalreflektion; und θ_r : gebrochener Winkel im Substrat.

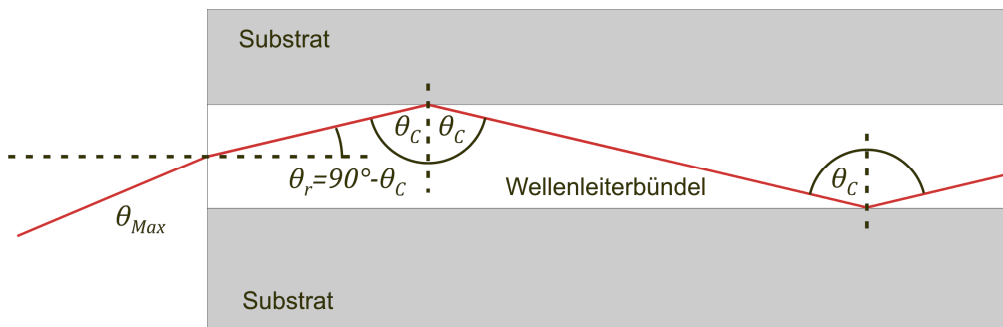


Abbildung 3.8 Abhängigkeiten von maximalem Eintrittswinkel θ_{Max} für die Totalreflexion.

Für die Geometrie des Lichtstrahls gilt:

$$\sin \theta_r = \sin(90^\circ - \theta_c) = \cos \theta_c \quad (3.7)$$

Wobei für den kritischen Winkel der Totalreflexion gilt:

$$\theta_c = \sin^{-1} \frac{n_{Sub}}{n_{WL}} \quad (3.8)$$

Mit n_{WL} : Brechzahl des Wellenleiters; n_{Sub} : Brechzahl des umgebenden Substrats. Ersetzen von θ_r durch θ_c in (3.6) ergibt:

$$\frac{n}{n_{WL}} \sin \theta_{Max} = \cos \theta_c \quad (3.9)$$

Durch Quadrieren erhält man:

$$\frac{n^2}{n_{WL}^2} \sin^2 \theta_{Max} = \cos^2 \theta_c = 1 - \sin^2 \theta_c = 1 - \frac{n_{Sub}^2}{n_{WL}^2} \quad (3.10)$$

Aus 3.9 und der Analogie zu 3.4 ergibt sich die numerische Apertur des Wellenleiters:

$$NA = \sqrt{n_{WL}^2 - n_{Sub}^2} \quad (3.11)$$

und erhält hierdurch für die Brechzahl des Wellenleiters

$$n_{WL} = \sqrt{NA^2 + n_{Sub}^2} . \quad (3.12)$$

Somit erhält man zur Ermittlung der Brechzahldifferenz zwischen Wellenleiter und Substrat:

$$\Delta n = \sqrt{NA^2 + n_{Sub}^2} - n_{WL} \quad (3.13)$$

3.5.5 Analyse der Bragg-Gitter-Reflektivität und Bragg-Gitter-Effizienz

Der Reflexionsgrad eines Bragg-Gitters ist das Verhältnis zwischen reflektierter und einfallender Lichtintensität und hängt von der Anzahl der Gitterpunkte und deren Brechungsindexkontrast ab.

Die Gleichung zur Bestimmung der (prozentualen) Reflektivität ist damit:

$$\beta = \frac{P_{Refl}}{P_0} 100 \quad (3.14)$$

Mit P_{Refl} als Peak-Leistung des reflektierten Bragg-Gitters und P_0 als Eingangsleistung.

P_{Refl} wird über eine Leistungsmessung der Peak-Intensität des reflektierten Gittersignals mit einem Spektrometer ermittelt.

Die Eingangsleistung kann indirekt über eine Leistungsmessung in Transmission P_{Trans} und unter Berücksichtigung der erfolgten Transmissionsdämpfung α und der Probenlänge ΔL berechnet werden.

Analog zu Gleichung (3.1) erhält man für die Eingangsleistung

$$P_0 = P_{Trans} 10^{\left(\frac{\alpha \Delta L}{10}\right)} \quad (3.15)$$

Für die Durchführung der Reflektivitätsmessung ist die Herstellung von zwei Wellenleiterbündeln notwendig. Der erste Wellenleiter beinhaltet ein Bragg-Gitter zur Bestimmung von P_{Ref} als reflektierte Peak-Leistung des Bragg-Gitter-Wellenleiters.

Ein zweiter Wellenleiter ohne Bragg-Gitter dient als Referenz-Wellenleiter zur Bestimmung von P_0 als Eingangsleistung, da dieser Wert nur in einem Wellenleiter ohne Bragg-Gitter bestimmt werden kann.

Die Produktionsparameter beider Wellenleiterbündel sind hierbei übereinstimmend und beide Wellenleiter befinden sich in derselben Probe um herstellungsbedingte Fehler zu minimieren.

Zur Vergleichbarkeit der Reflektivitätswerte von Bragg-Gittern, die unterschiedliche Längen aufweisen (mit Werten aus der Literatur), ist es sinnvoll deren Werte auf die Länge der Strukturen zu beziehen. Hierfür ist die Gitter-Effizienz ε ein geeigneter Vergleichsparameter:

$$\varepsilon = \frac{\beta}{L} \quad (3.16)$$

Falls eine bestimmte Reflektivität erzielt werden soll, kann diese über die Bragg-Gitter-Länge eingestellt werden.

3.5.6 Auslesen eines optischen Spektrums durch Verwendung eines Interrogators

Die mit Femtosekunden-Laserpulsen erzeugten Bragg-Gitter-Punkte innerhalb eines Wellenleiters weisen ein leicht elliptisches Strukturprofil in Richtung der eingebrachten Laserstrahlung auf, welches empfindlich auf die Polarisation des im Wellenleiter geführten Lichts reagiert.

Um diese Gitter optisch auszulesen, wird ein optischer Interrogator-Aufbau mit einer SLED mit einer zentralen Wellenlänge von $\lambda = 840 \text{ nm}$ als Lichtquelle eingesetzt. Wie in Abbildung 3.9 zu sehen, wird das fasergekoppelte Licht der LED über einen Koppler zu einer Probe geführt. Dort wird ein Teil des optischen Spektrums durch die Gitter reflektiert und über den Koppler zu einem Spektrometer geführt, welches mit einem PC ausgelesen wird.

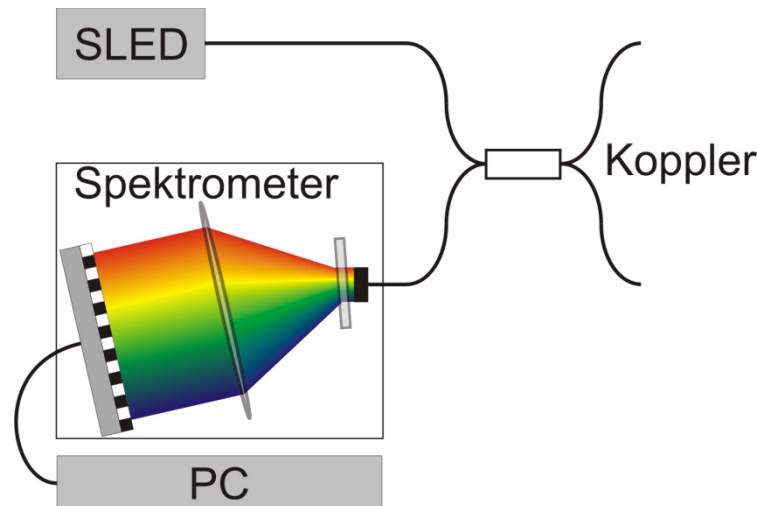


Abbildung 3.9 Aufbau eines Interrogator-Systems. An den offenen Enden des Kopplers kann (jeweils) eine Probe mit Bragg-Gitter-Strukturen ausgewertet werden. Das Spektrum der SLED („superluminescent light emitting diode“, Superlumineszenzdiode) trifft auf die Gitterstruktur. Dort das Spektrum reflektiert, wobei eine Bragg-Gitter-typische Signatur entsteht, und gelangt über den Koppler in das Spektrometer.

3.5.7 Polarisationsmoden-Dispersion in Glasfasern und deren Einfluss auf eine Bragg-Gitter-Reflexion

Sowohl die Reflektivität als auch Wellenlänge, und Amplitude eines Bragg-Gitters werden durch den Polarisationszustand einer eintreffenden Lichtwelle, die im Wellenleiter geführt wird, beeinflusst. Verantwortlich für Veränderungen der Polarisationsmoden ist die sogenannte Polarisationsmoden-Dispersion, die im Folgenden erläutert wird.

Effekte in einer nicht-polarisationserhaltenden Glasfaser

Ein üblicher Ansatz zum Verständnis der Polarisationsmoden-Dispersion ist die Betrachtung der Polarisation von Licht in einer Glasfaser in zwei getrennte Polarisationsmoden mit zueinander orthogonalen, linearen Polarisierungen [92]. Durch leichte Brechzahlunterschiede (durch Anisotropie) innerhalb der Faser kommt es zu unterschiedlichen Laufzeiten der beiden Polarisationsmoden, was einer Doppelbrechung des Lichts gleich kommt.

Die Anisotropie der Faser setzt sich dabei zusammen aus a) geometrischen Abweichungen wie eine asymmetrische Lage des Kerns, b) optische Abweichungen wie Schwankungen der Brechzahl innerhalb des Materials und c) Abweichungen durch mechanische Spannungsdoppelbrechung [93]. Letztere kann dabei durch mechanische Verspannung während des Abkühlens der Faser bei der Herstellung entstehen oder während des Einsatzes, wenn die Faser nicht geradlinig ausliegt sondern Biegungen aufweist [92].

Um die Stärke der Doppelbrechung in der Faser zu beschreiben, werden verschiedene Größen verwendet. Mit der Schwebungslänge Λ („beat length“) wird die Periodizität beschrieben, mit welcher die beiden Moden in Phase und außer Phase sind. x und y stehen 90° zu einander und sind orthogonal zur Ausbreitungsrichtung (z) des Lichts

orientiert. Die Schwingungsebene der Moden ist jeweils parallel zur x- und y-Richtung. Die Schwebungslänge Λ ist definiert als:

$$\Lambda = \frac{2\pi}{\beta_x - \beta_y} \quad (3.17)$$

Wobei β_x und β_y die beiden Propagationskonstanten sind. Λ ist proportional zur Wellenlänge. Für optische Fasern liegen die Werte von Λ im Bereich von mehreren Zentimetern bis mehreren Metern.

Je kleiner die Werte für Λ sind, desto höher ist die Doppelbrechung und desto besser wird der Polarisationszustand in einer Faser beibehalten.

Für verschiedene PM-Fasern bei Wellenlängen von $\lambda = 532$ bis 1550 nm beträgt die Schwebungslänge $\Lambda = 1$ bis 5 mm.

Es kann daher festgestellt werden: Der Polarisationszustand in einer Einmoden-Faser wird durch eine Brechungsindexanisotropie im Glasfaserquerschnitt bestimmt. Wird im praktischen Einsatz der Biegeradius der Faser verändert oder die Biegung toridiert, so kommt es aufgrund der Spannungsdoppelbrechung zu einer Änderung von Λ wodurch sich der Polarisationszustand entlang der Faser und an dessen Ausgang ändert.

Änderung des aufgenommenen Spektrums durch Polarisationsmoden-Dispersion

Die Änderung des Polarisationszustands des in Glasfasern geführten Lichts führt zu einer Änderung der Wellenlänge und Amplitude des reflektierten Gitter-Signals. Die dadurch hervorgerufene Wellenlängenverschiebung kann mehrere hundert Pikometern betragen (Abbildung 3.10).

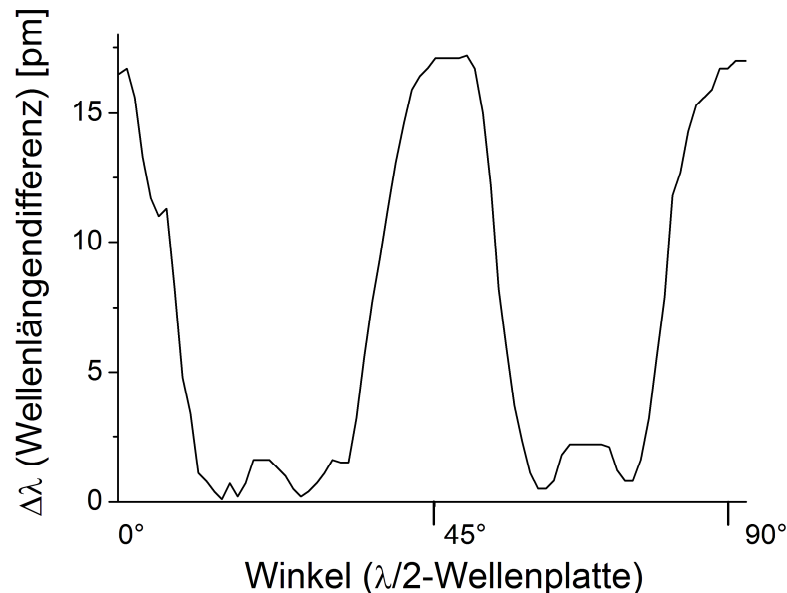


Abbildung 3.10 Spektrale Verschiebung eines Bragg-Gitter-Peaks in Reflexion in Abhängigkeit von verschiedenen linearen Polarisationszuständen des eingekoppelten Lichts. Die Polarisationszustände wurden durch Rotation einer $\lambda/2$ -Wellenplatte erzeugt.

3.5.8 Vermeidung von Polarisationsmoden-Dispersion

Zur Vermeidung von Polarisationsmodendispersion bietet sich die Verwendung von polarisationserhaltenden („polarization-maintaining“, PM) Fasern an. Dieser Typ Glasfaser ist in der Lage auch bei beliebig ausgeprägter Verbiegung der Faser und über Strecken von mehreren Kilometern den unveränderten linearen Polarisationszustand beizubehalten und diesen am Faserausgang definiert auszugeben. Das Konzept bei der Konstruktion von PM-Fasern besteht darin, dass eine künstliche Doppelbrechung erzeugt wird. Hierfür gibt es zwei Ansätze: a) eine Asymmetrie durch einen elliptischen Kern oder b) durch künstliche Symmetriebrechende Strukturelemente (Stresselemente). Die am weitesten verbreiteten PM-Fasern sind die Typen *Panda* und *Bowtie* (Abbildung 3.11) [92].

Mit diesen PM-Fasern werden Schwebungslängen von wenigen mm Länge [94] erreicht und liegen somit um etwa drei Größenordnungen niedriger als bei zufälliger Doppelbrechung einschließlich Biegungen [92]. Bei einer Einkopplung von linear polarisiertem Licht in einer Richtung, die parallel zur optischen Achse der PM-Faser orientiert ist, wird die lineare Polarisation erhalten. Während der Einkopplung mit einem Winkel zur optischen Achse der PM-Faser kommt es aufgrund von Doppelbrechung entlang der Faser zum andauernd fortschreitenden Wechsel des Polarisationszustands zwischen linear, elliptisch und zirkular. Dieser Wechsel führt außerdem zur Entstehung von periodisch auftretendem Streulicht, mit dem die Schwebungslänge bestimmt werden kann.

In der Regel werden konfektionierte (mit Steckverbindern versehene) PM-Fasern so gefertigt, dass die Nase (Passfeder) der Steckverbinder (FC/APC) parallel zu einer der optischen Achsen ausgerichtet wird, um beim Verbinden eine definierte Einkopplung parallel zur optischen Achse der verbundenen PM-Faser zu gewährleisten. Üblicherweise wird bei der Ausrichtung die langsame optische Achse gewählt (Abbildung 3.11).

Wird linear polarisiertes Licht parallel zu einer der optischen Achsen in die Faser eingekoppelt, so bleibt der Polarisationszustand über die gesamte Länge der PM-Faser unabhängig von Biegungen und Torsionen der Faser erhalten.

Bei einer Einkopplung mit einem Winkel zu optischen Achsen erhält man je nach Länge der Faser am Faserende einen zufälligen Polarisationszustand, allerdings ist auch dieser vom Grad der Biegung der Faser unbeeinflusst. Falls nur die Stabilität des Polarisationszustands und nicht ein linearer Polarisationszustand für die Anwendung von Bedeutung ist, kann ein beliebiger Winkel beim Einkoppeln in die PM-Faser zielführend sein, um den Vorteil eines gleichbleibenden Polarisationszustands zu nutzen. In der Praxis bedeutet dies die Einsparung zusätzlicher polarisationserhaltender Komponenten wie PM-Faser-gekoppelter Lichtquellen.

Die in dieser Arbeit verwendete PM-Faser hatte ein *Panda*-Design für eine Wellenlänge von $\lambda = 850 \text{ nm}$ (*PM850*, Corning Inc.) und deren Steckverbinder waren stets zur langsamen optischen Achse der PM-Faser ausgerichtet. Weiterhin wurden ein optischer 3-dB-Koppler mit polarisationserhaltender *Panda*-Faser und eine PM-Faser-gekoppelte SLED verwendet.

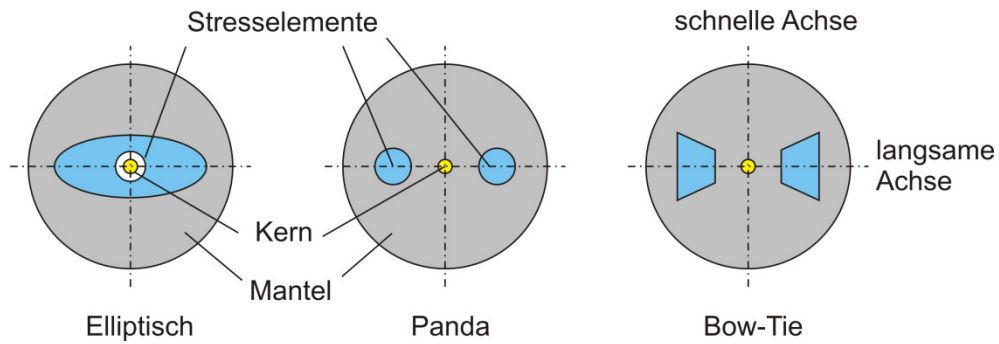


Abbildung 3.11 Aufbau von verschiedenen polarisationserhaltenen (PM) Fasern. Grundlegend ist die nicht-rotationssymmetrische Anordnung der Strukturen [92]. Für die in dieser Arbeit durchgeführten Anwendungen wurden ausschließlich PM-Fasern des Typs *Panda* verwendet.

4 Femtosekunden-Laser-induzierte Brechzahländerung in Glas

Innerhalb dieses Kapitels werden verschiedene Ansätze und Untersuchungen vorgestellt, mit denen verschiedene Wellenleiter-Typen in unterschiedlichen Materialien erzeugt werden. Außerdem wird gezeigt wie in Quarzglas und AF32 zusätzlich zu Wellenleiterbündeln Bragg-Gitter eingebracht werden. Hierbei wird eine neue Methode vorgestellt, die es erlaubt den Wellenleiterdurchmesser und die Gitter-Ordnung unabhängig voneinander einzustellen.

4.1 Wellenleiter und Bragg-Gitter in Quarzglas

4.1.1 Herstellung singulärer Wellenleiter mit fs-Laserpulsen bei $\lambda = 800 \text{ nm}$

Für die Erzeugung von Wellenleitern wurde der Laserstrahl, wie im Kapitel 3.3 beschrieben, über ein 20×-Objektiv in synthetischem Quarzglas-Substrat (*Suprasil 1*, Heraeus Quarzglas GmbH & Co. KG) fokussiert. Die Laserleistung wurde so gewählt, dass der Schreibprozess unterhalb der Zerstörschwelle stattfand. In einigen Materialien, beispielsweise in Quarzglas, kann die Zerstörschwelle durch die Entstehung eines Plasmas und Weißlicht im Fokus erkannt werden. Die Laserleistung kann somit während des Schreibprozesses anhand des Kamerabildes angepasst werden. Bei Aluminium-Borosilikat, Alkali-Borosilikat und Borosilikat (Kapitel 4.2) tritt hingegen Weißlicht auf, ohne dass im Material Zerstörungen entstehen. Zur Materialmodifikation kann hierdurch ein nutzbarer Leistungswert des Lasers einfacher als bei Quarzglas gefunden werden.

Die Schreibtiefe betrug 5 bis 500 μm . Bei größeren Schreibtiefen ist zu beachten, dass durch die Brechung des Lichts im Material ein optischer Fehler entsteht, welcher beispielsweise zu Aberration führt. Hierdurch wird die Form und Qualität des Fokus beziehungsweise der Strahltaile verändert. Größere Schreibtiefen können ohne Nachteile erreicht werden, indem Objektive mit hoher Abbildungsqualität und einer variablen Deckglas-Korrektur verwendet werden.

Mit abnehmender Eindringtiefe des Strahls, verkleinert sich die zu durchdringende kreisförmige Grenzfläche auf der Proben-Oberfläche. Hierdurch steigt die Energiedichte und führt schließlich durch Absorption zum Überschreiten der Zerstörschwelle und damit zu einer unerwünschten Ablation von Substratmaterial. Hieraus ergibt sich eine Mindesttiefe der Wellenleiter von etwa 10 μm (bei einer Pulsenergie von $E = 200 \text{ nJ}$)

Der erzeugte Brechzahlkontrast zwischen dem bearbeiteten Bereich und dem umgebenden Material ist abhängig von den Eigenschaften des verwendeten Materials, der

Brennweite und Abbildungsqualität der verwendeten Optik sowie der Pulsenergie des Lasers. Weiterhin hat auch die Punktdichte, die aus der Schreibgeschwindigkeit resultiert, Einfluss auf die Stärke des Brechzahlkontrastes. In Quarzglas wurde zur Erzeugung von Wellenleitern eine Pulsenergie von 224 nJ bei einer Schreibgeschwindigkeit von $v = 1$ mm/s verwendet (Abbildung 4.1). Die Pulsenergie liegt hierbei etwa 10% unterhalb der Zerstörschwelle. Bezüglich des Fokuspunktes eines 20 \times -Objektivs (Strahltaile) beträgt der Durchmesser eines einzelnen Schreibdurchgangs etwas mehr als 1 μ m. Mit dieser Wellenleiterstruktur (ein Schreibdurchgang) kann Licht bis $\lambda = 650$ nm transmittiert werden. Für die Transmission höherer Wellenlängen ist jedoch ein größerer Durchmesser des Wellenleiters notwendig.

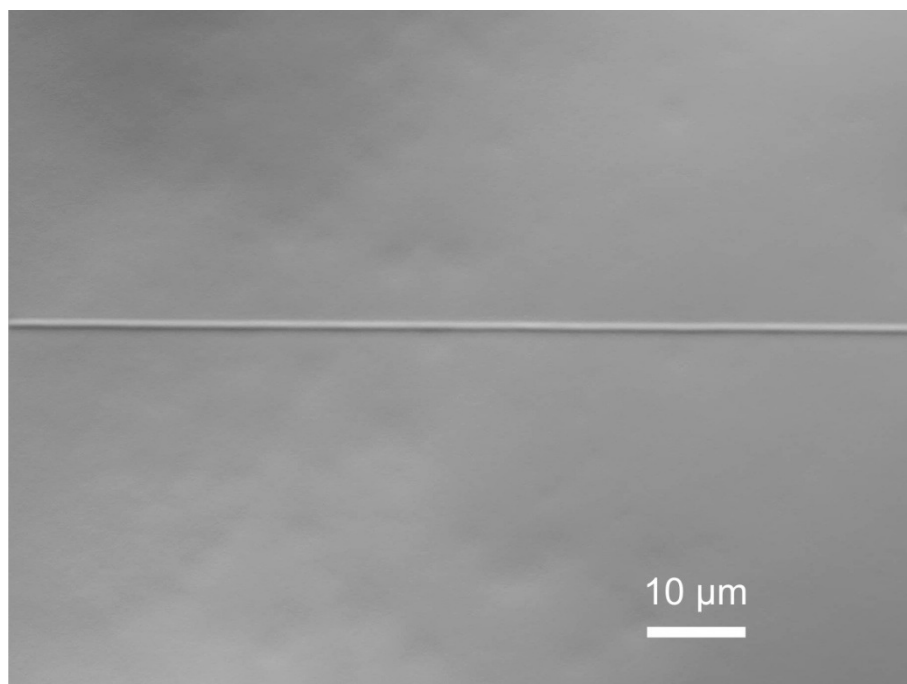


Abbildung 4.1 Verarbeitetes Mikroskopbild eines singulären Wellenleiters (mit berechnetem differentiell-Interferenzkontrast, DIK, zur Erhöhung des Bildkontrasts) erzeugt durch einen einzelnen Laser-Schreibdurchgang. Die hierbei verwendete Laserpulsenergie betrug 224 nJ bei einer Schreibgeschwindigkeit von $v = 1$ mm/s.

4.1.2 Brechzahländerungen mit einer fs-Laser-Wellenlänge von $\lambda = 1300$ nm

Eine einfache Lösung, Wellenleiter für Wellenlängen von $\lambda \geq 650$ nm mit nur einem einzelnen Laser-Schreibdurchgang zu produzieren, ist es den Durchmesser des Lichtleiters zu vergrößern. Um dies zu erreichen, wurde die Wellenlänge der verwendeten fs-Laserpulse von $\lambda = 800$ nm auf 1300 nm konvertiert. Dies wurde durch die Verwendung eines optisch parametrischen Verstärkers („optical parametric amplifier“, OPA) realisiert.

4.1.2.1 Versuchsergebnisse bei Wellenlänge von $\lambda = 1300$ nm in Quarzglas

Der durch einen einzelnen Schreibdurchgang erzeugte Durchmesser eines linienförmigen Wellenleiters ist mit $1\text{ }\mu\text{m}$ sehr gering. Hierdurch kann bei diesem Einzel-Linien-Wellenleiter nur Licht von $\lambda = 400$ nm bis 650 nm transmittiert werden. Der Wellenleiterdurchmesser eines einzelnen Schreibdurchgangs kann durch Vergrößerung des Fokuspunktes (Strahltaille) vergrößert werden. Dabei wird allgemein vorausgesetzt, dass die Größe des Materialvolumens (mit geändertem Brechungsindex) von der geometrischen Größe der Strahltaille des fokussierten Strahls bestimmt wird.

Der Durchmesser der Strahltaille w_0 wird nach [95] definiert durch:

$$w_0 = \frac{\lambda}{\pi w_L} \varphi. \quad (4.1)$$

Die Strahltaille w_0 ist somit abhängig von der verwendeten Wellenlänge λ , dem Strahldurchmesser w_L und der Brennweite φ .

Für die z-Achse des Wellenleiterprofils ist nach [96] die Schärfentiefe oder Rayleigh-Länge zu berücksichtigen:

$$z_R = \frac{\pi w_0^2}{\lambda} \quad (4.2)$$

Ein Verkleinern des Strahldurchmessers w_L , wäre nach der Gleichung (4.1) eine alternative Möglichkeit zur Durchmesser-Vergrößerung, war jedoch unerwünscht, da sonst die Energiedichte auf den Optikflächen zu hoch geworden wäre.

Versuche mit längeren Brennweiten z.B. 10×-Objektiv führten zu stark elliptischen Wellenleiterprofilen (siehe Gleichung (4.2)), daher sollte die Brennweite nicht vergrößert werden.

Als Konsequenz wurde eine Erhöhung der Wellenlänge zur Vergrößerung der Strahltaille und somit des Wellenleiters vorgenommen.

Durch die Verwendung eines optisch parametrischen Verstärkers erfolgte eine Transformation der Wellenlänge von $\lambda = 800$ nm auf 1300 nm, um gemäß Gleichung (4.1) eine größere Strahltaille und somit ein größeres Materialvolumen im Laserfokus zu modifizieren. Da die Effizienz der Wellenlängenkonvertierung des OPA bei $\lambda = 1300$ nm ein Maximum besitzt, wurde diese Wellenlänge ausgewählt. Der Vergrößerungsfaktor bezüglich der Strahltaille bei $\lambda = 800$ nm beträgt aufgrund der Wellenlängenkonvertierung zu $\lambda = 1300$ nm (nach Gleichung (4.1)) etwa 1,6.

Für das Experiment wurden fs-Laserpulsenergien von $E = 6,6\text{ }\mu\text{J}$ bis $133\text{ }\mu\text{J}$ bei einer Repetitionsrate von $f = 1\text{ kHz}$ verwendet. Für die Fokussierung diente ein 20×-Mikroskopobjektiv.

Die Querschnitte der Laserspuren im Quarzglas wurden auf einer Mikroskopkamera abgebildet (Abbildung 4.2) wobei die vertikale Richtung (z) der Abbildung parallel zum Laserstrahl verläuft.

Zu sehen sind linienförmige Materialveränderungen, die in z-Richtung ausgerichtet sind. Diese weichen in Ihrer Form stark von einer runden bis leicht elliptischen Form des Fokus (Strahltille) ab. Die Länge der linienförmigen Struktur beträgt bei $E \leq 133 \mu\text{J}$ etwa $300 \mu\text{m}$ (Abbildung 4.2a) und bei der geringsten Energie $E \leq 6,6 \mu\text{J}$ etwa $50 \mu\text{m}$ (Abbildung 4.2e). Bei Pulsenergien von $E \leq 6 \mu\text{J}$ wurde keine Materialveränderung erreicht.

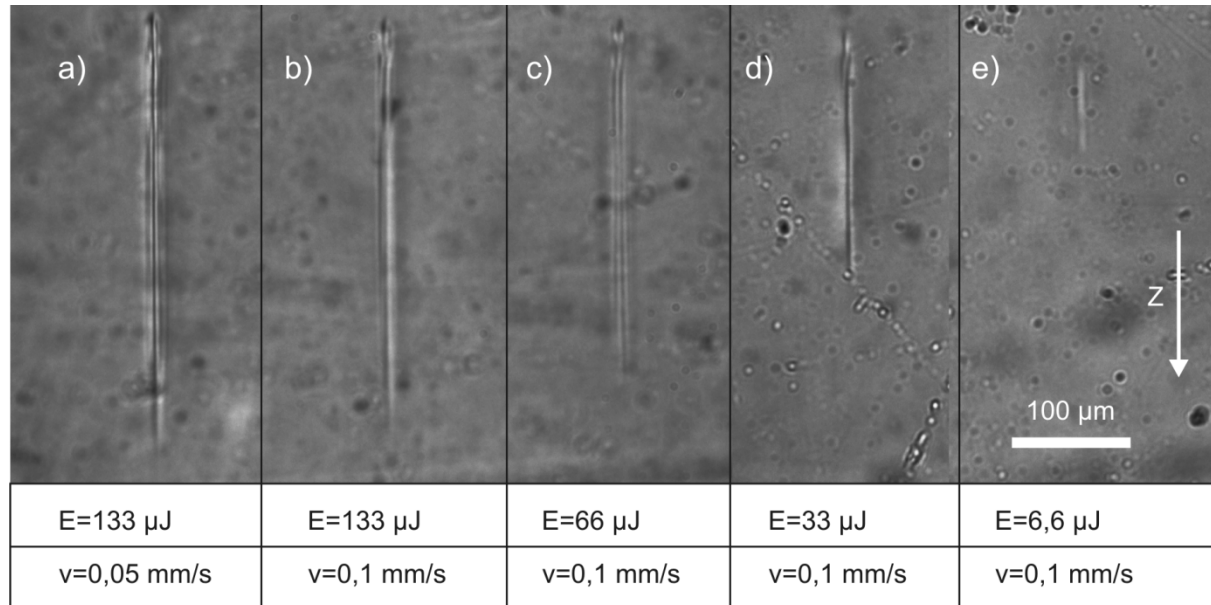


Abbildung 4.2 Herstellung von Brechzahländerungen zur Erzeugung von Wellenleitern in Quarzglas mit fs-Laserpulsen bei $\lambda = 1300 \text{ nm}$. a)-e): Die Länge der Strukturen in z-Richtung hängt stark von den eingesetzten Pulsenergien ab.

4.1.2.2 Diskussion der erzeugten Strukturen (Quarzglas)

Für die Lichtwellenlänge und die Photonenenergie gilt folgende Korrelation:

$$E = \frac{h}{\lambda} \quad (4.3)$$

Mit h als Planck-Konstante ($1,23984193 \text{ eV } \mu\text{m}$) und $\lambda = 1300 \text{ nm}$ als Wellenlänge ergibt sich eine Photonenenergie von $E = 0,95 \text{ eV}$.

Hieraus folgt, dass für die Überwindung der Bandlücke in Quarzglas bei der nichtlinearen Multiphotonenabsorption 7 bis 8 Photonen benötigt werden. Dies bedeutet, dass das Material, im Vergleich zu einer Wellenlänge von $\lambda = 800 \text{ nm}$, mit einer deutlich höheren Pulsenergie bestrahlt werden muss, um die Energieschwelle für eine nichtlineare Absorption zu überwinden.

Bei der Verwendung von fs-Laserpulsen mit sehr großen Pulsenergien treten neben der Multiphotonenabsorption auch andere nichtlineare Wechselwirkungsprozesse auf. Solche Effekte können die Erzeugung von Weißlicht sein, oder das Auftreten des Kerr-Effekts. Letzterer bewirkt während der Wechselwirkungsdauer der Laserpulse mit dem Material eine temporäre intensitätsabhängige Erhöhung der Brechzahl. [97].

Die Erhöhung des Brechungsindex folgt der gaußförmigen Intensitätsverteilung des Laserstrahls, was eine Kerr-Selbstfokussierung bewirkt. Weiterhin ist durch die hohe Energie auch eine Elektronen-Plasmabildung, die defokussierend wirkt, möglich. Falls ein dynamisches Gleichgewicht aus Elektronen-Plasmabildung und Kerr-Selbstfokussierung entsteht, kann sich dabei im optisch transparenten Material ein sogenanntes Filament ausbilden [97].

Betrachtet man die ausgebildeten Strukturen in Abbildung 4.2, so handelt es sich tatsächlich um gleichförmige längliche Strukturen, die in z-Richtung eine Länge von bis zu 500 μm aufweisen. Es ist also festzustellen, dass die Strukturen in Abbildung 4.2 fast ausschließlich aufgrund des Kerreffektes entstanden sind. Je größer die Pulsenergie, desto länger werden die Strukturen in z-Richtung sowohl oberhalb als auch unterhalb der Brennweite des Mikroskopobjektivs. Dies liegt an einer früher einsetzenden Intensitäts-induzierten Kerr-Selbstfokussierung und Plasmabildung. Die Filament-Länge (Modifikationstiefe) ist nach Scully et al. [97] abhängig von folgenden Faktoren: Pulsenergie, Wellenlänge, Pulsdauer und der effektiven numerischen Apertur.

Hiermit wurde gezeigt, dass in Quarzglas mit Femtosekunden-Laserpulsen bei $\lambda = 1300\text{ nm}$ zwar Materialänderungen möglich sind, andererseits diese jedoch aufgrund der benötigten Pulsenergien zur Überwindung der Bandlücke in unerwünschten länglichen, leicht unregelmäßigen Strukturen münden. Zur Herstellung von Wellenleitern mit großen Durchmessern für die Transmission von Wellenlängen $\lambda \geq 650\text{ nm}$ erwies sich diese Methode als nicht geeignet. Daher wurde eine andere Methode entwickelt, um die Wellenleiterdurchmesser zu vergrößern, die im folgenden Kapitel vorgestellt wird.

4.1.3 Typ I-Wellenleiterbündel in Quarzglas

Um den Durchmesser der Wellenleiter zu vergrößern, wurde in diesem Ansatz ein Set von mehreren parallelen Laserdurchgängen, ein sogenanntes Wellenleiterbündel eingesetzt [98]. Die Durchmesser der mit dieser Methode hergestellten Wellenleiterbündel variierte dabei zwischen 7-50 μm mit einem Abstand (in y- und z-Richtung) der einzelnen Durchgänge von 0,7-2 μm (Abbildung 4.3). Für Einmoden-Wellenleiter hingegen wurden Bündel mit einer höheren Dichte hergestellt. Für Multimoden-Wellenleiter wurden größere Abstände gewählt, um die Gesamtzahl an Durchgängen zu reduzieren und damit die Produktionszeit zu reduzieren. Durch dieses Verfahren kann der Wellenleiterdurchmesser flexibel an das Modenfeld und die Wellenlänge des zu transmittierenden Lichts angepasst werden. Beispielsweise wurden mit dieser Technik Einmoden-Wellenleiter für $\lambda = 800\text{ nm}$ und $\lambda = 1550\text{ nm}$ und Multimoden-Wellenleiter hergestellt.

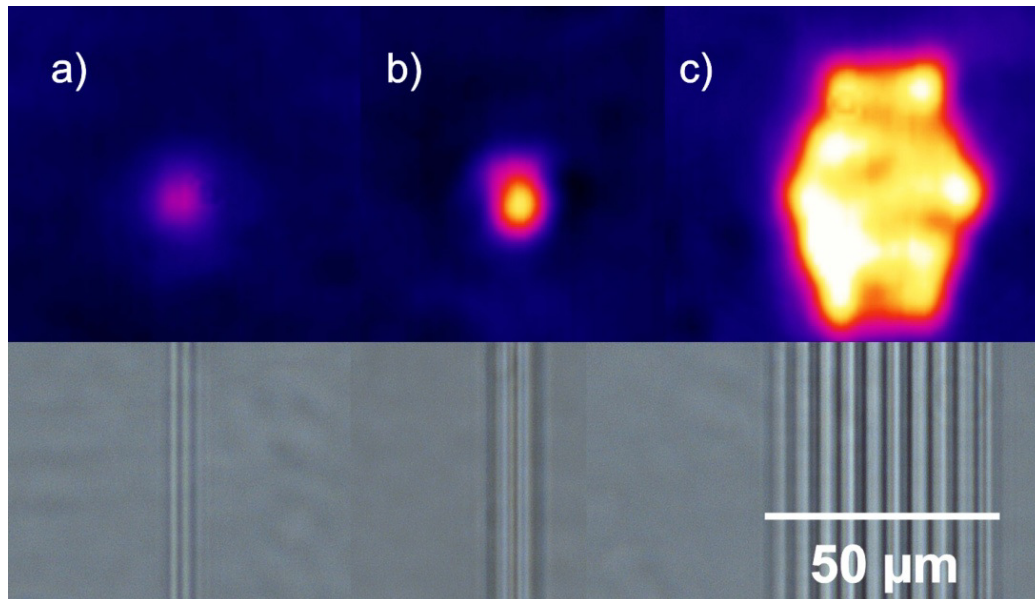


Abbildung 4.3 Oben: CCD-Kamera-Bilder der Intensitätsverteilung von geführtem Licht im Nahen-Infrarot ($\lambda = 1550 \text{ nm}$) an der Endfacette der Probe. Die Wellenleiterbündel haben verschiedene Durchmesser (Anzahlen von Laser-Durchgängen): a) $7 \text{ }\mu\text{m}$ (7), b) $10 \text{ }\mu\text{m}$ (19), c) $50 \text{ }\mu\text{m}$ (931). Unten: Durchlichtmikroskop-Aufnahmen, Blick von oben auf die entsprechenden Wellenleiterbündel.

Für das Bündeldesign wurde eine hexagonale Symmetrie gewählt, da diese sehr gut geeignet ist, alle parallelen Durchgänge mit gleichem Abstand zueinander über den Querschnitt zu verteilen (Abbildung 4.4). Bezüglich der Dichte der Durchgänge wurden die Transmissionseigenschaften untersucht. Dabei wurden Wellenleiterbündel mit 7, 19 und 49 homogen verteilten Durchgängen konfiguriert (Abbildung 4.4 Abbildung 4.5). Zur Vergleichbarkeit der Konfigurationen hatten alle Bündel einen identischen Durchmesser von jeweils $9 \text{ }\mu\text{m}$. Die relativen Transmissionsverluste der Wellenleiterbündel betrugen $11,0 \text{ dB}$ bei 7 Durchgängen, $4,8 \text{ dB}$ bei 19 Durchgängen und $1,1 \text{ dB}$ bei 49 Durchgängen (Abbildung 4.5). Die NA der Bündel wurde durch eine optische Abbildung des aus dem Wellenleiter austretenden Lichts auf eine CCD-Kamera gemessen. Die Numerische Apertur betrug $NA = 0,024$ für 7 Durchgänge, $NA = 0,034$ für 19 Durchgänge und $0,041$ für 49 Durchgänge. Wenn man zur Vereinfachung die Wellenleiterbündel als einen Wellenleiter mit Stufenindexprofil betrachtet, kann die Brechzahländerung über die NA bestimmt werden mit $\Delta n = 2,0 \times 10^{-4}$ für 7 Durchgänge, $\Delta n = 3,9 \times 10^{-4}$ für 19 Durchgänge und $\Delta n = 5,8 \times 10^{-4}$ für 49 Durchgänge. Durch Anwendung der Cut-Back-Methode, wie in 3.5.2 beschrieben, wurden die Transmissionsdämpfungen bestimmt mit $\alpha \leq 1,4 \text{ dB/cm}$ für 7 Durchgänge und $\alpha \leq 0,2 (\pm 0,04) \text{ dB/cm}$ für 19 und 49 Durchgänge.

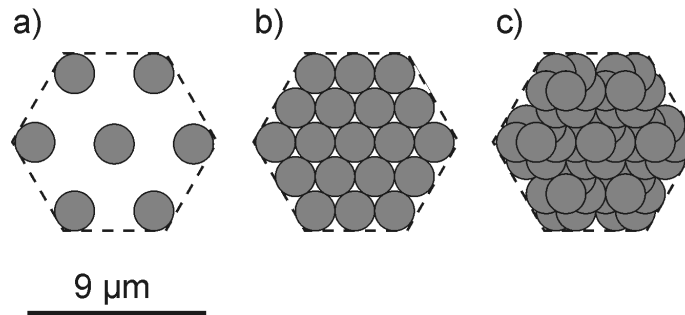


Abbildung 4.4 Wellenleiterprofil von verschiedenen Bündel-Typen für die Transmission einer Wellenlänge von $\lambda = 1550$ nm. a) 7 lineare Durchgänge, b) 19 lineare Durchgänge, c) 49 lineare Durchgänge.

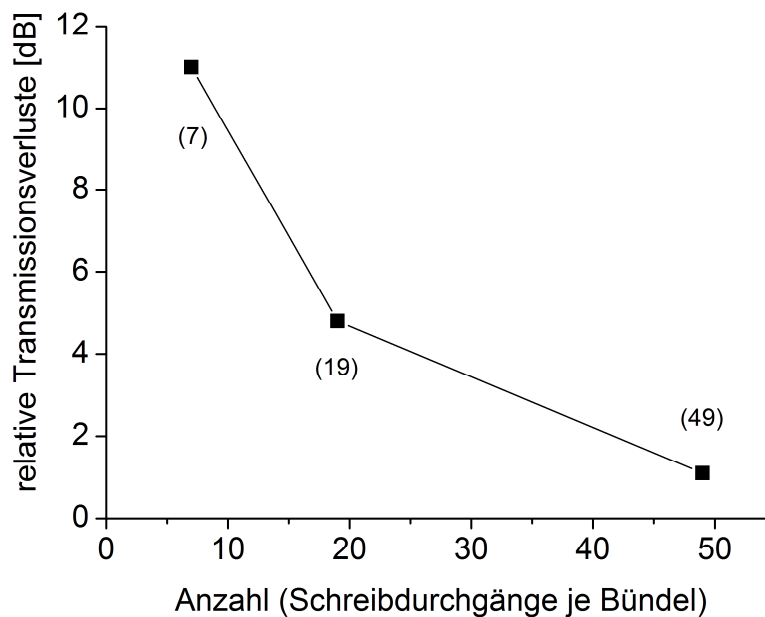


Abbildung 4.5 Transmissionsverluste durch Wellenleiterbündel gegenüber der Anzahl Laser-Durchgänge pro Bündel bei $\lambda = 1550$ nm.

4.1.4 Bragg-Gitter-Wellenleiter (BGW)

4.1.4.1 BGW in Quarzglas

Bragg-Gitter in Glasfasern werden zur Realisierung vielfältiger Anwendungen eingesetzt. Beispiele hierfür sind Laser-Spiegel, spektrale Filter für das Wellenlängen-Multiplexverfahren oder Sensorelemente zur Detektion von Temperatur und Dehnung [68,81,83,84]. Seit der Einführung der Punkt-zu-Punkt-Direkt-Einschreibtechnik im Jahr 2004 von Martinez et al. [2] konnte gezeigt werden, dass das Einfügen von Bragg-Gittern mit Hilfe von Femtosekunden-Laserpulsen in Glasfasern relativ einfach realisiert werden kann.

Im Rahmen dieser Arbeit wurde ein neues Verfahren entwickelt, um gleichzeitig Wellenleiter mit flexiblen Durchmessern in Kombination mit effizienten Bragg-Gittern zu erzeugen, deren Ordnung unabhängig vom Wellenleiterdurchmesser gewählt werden kann.

Im Vergleich zur Einbringung von Bragg-Gitter-Strukturen in Glasfasern, besteht bei der Herstellung von einer Kombination von Wellenleitern und Bragg-Gitter-Strukturen die Herausforderung darin, einen großen periodischen Brechungsindexkontrast mit einem fs-Laser zu generieren. Da jedoch bereits für die Herstellung der Wellenleiter eine Materialverdichtung erzeugt wurde, ist nur eine geringfügig höhere Verdichtung des Materials beim Überschreiben der Wellenleiter mit einer Bragg-Gitter-Struktur möglich. Bei zu großen Leistungen für die Herstellung der Gitterpunkte entstehen zudem unerwünschte Streuzentren durch die Entstehung von Mikrohohlräumen. Mit den in Kapitel 4.1.3 beschriebenen Verfahren zur Herstellung von Wellenleiterbündeln bietet sich jedoch eine technisch einfache Lösung dieses Problems an. Hierfür wird der zentrale Durchgang des Wellenleiterbündels periodisch unterbrochen, indem die Geschwindigkeit des Verschiebetischs während des Schreibprozesses im Vergleich zur der Schreibgeschwindigkeit für die Herstellung von Wellenleitern gesteigert wird, so dass die Lasereinschüsse im Material nicht mehr überlappen. Die Repetitionsrate des Lasers bleibt hierbei konstant. Hierdurch werden Teile des zentralen Durchgangs in ihrer Brechzahl modifiziert, während die unbearbeiteten Bereiche ihre ursprüngliche Brechzahl behalten, wodurch ein maximaler Brechzahlkontrast erreicht wird. Die gewünschte Bragg-Gitter-Wellenlänge wird durch die Bragg-Gleichung berechnet:

$$m\lambda = 2\Lambda n_e \quad (4.4)$$

mit m als Gitterordnung, λ als Wellenlänge, Λ als Punkt-zu-Punkt-Abstand (Gitterabstand) und n_e als effektive Brechzahl. Die angestrebte Bragg-Wellenlänge wurde durch die Schreib-Geschwindigkeit v und der Repetitionsrate des Lasers f bestimmt mit:

$$\Lambda = v/f \quad (4.5)$$

Mit Hilfe dieser Technik wurden Bragg-Gitter-Wellenleiter (BGW) mit einer Bragg-Gitter-Wellenlänge von $\lambda = 1550$ nm (zweiter Ordnung, Gitterabstand $\Lambda = 1,073$ μm) und $\lambda = 840$ nm (dritter Ordnung, Gitterabstand $\Lambda = 0,873$ μm) hergestellt.

Bei den Bragg-Gittern mit einer Wellenlänge von $\lambda = 1550$ nm, war die BG-Struktur von einem Bündel mit 48 Durchgängen umgeben, wobei die einzelnen Durchgänge des Bündels einen Abstand von $1,0$ μm aufweisen. Die 840-nm-BGW wurden von 18 Durchgängen mit einem Abstand (x, y) von $1,9$ μm umgeben. Um die Bragg-Gitter zu schreiben, wurde die Pulsenergie um den Faktor 1,5 bis 3 gegenüber der Pulsenergie für das Schreiben von Wellenleitern erhöht.

In Abbildung 4.6 ist ein Mikroskopbild des BGW-Bündels dargestellt.

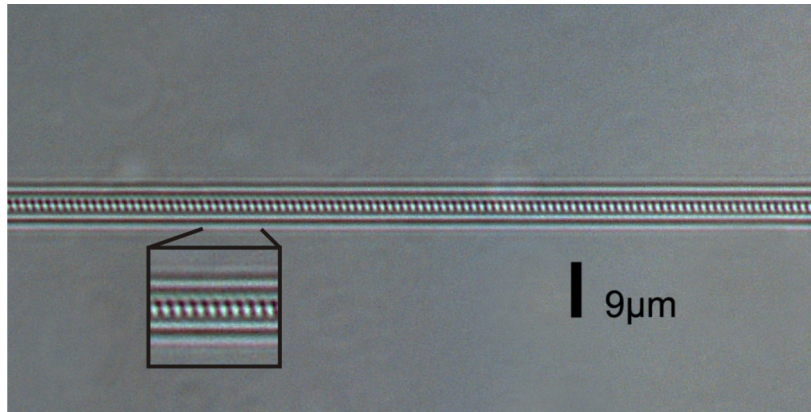


Abbildung 4.6 Mikroskopbild eines Bragg-Gitters vierter Ordnung bei $\lambda = 1550$ nm im Zentrum eines Bragg-Gitter-Wellenleiterbündels (BGW). Das Wellenleiterbündel besteht aus 18 linearen Laserdurchgängen. Schreibdurchgänge, die oberhalb und unterhalb der fokussierten Ebene verlaufen, sind aufgrund der geringen Tiefenschärfe des Bildes (in dieser Ebene) nicht sichtbar.

Zur Charakterisierung der BGW wurde jeweils eine Einmoden-gekoppelte SLED mit einer zentraler Wellenlänge von $\lambda = 844$ nm ($\lambda = 1546$ nm) und spektraler Breite von $\Delta\lambda = 51$ nm ($\Delta\lambda = 47$ nm) mit einer Ausgangsleistung von $P = 8$ mW ($P = 3$ mW) verwendet. Die Lichtquellen wurden mit einem 3-dB-Koppler und einer Einmoden-Glasfaser mit der BGW-Probe verbunden. Um die bestmögliche Ein- und Auskopplung in den Wellenleiter zu erreichen, wurde das Ende einer Glasfaser orthogonal (90° zur Faserrichtung) gebrochen und mit Hilfe von „Index Matching Gel“ präzise an der Vorderseite der Glasplatte positioniert. Das reflektierte Licht wurde durch den 3-dB-Koppler in ein Spektrometer geleitet, um dort das Spektrum des Bragg-Gitters zu messen.

Bei den BG dritter Ordnung wurde eine relative Reflexions-Abschwächung von 17 dB erzielt ($\lambda = 840$ nm, Halbwertsbreite („full width at half maximum“, FWHM $\Delta\lambda = 2$ nm, BGW-Länge 21 mm) (Abbildung 4.7).

In Abbildung 4.8 sind die spektralen Signale des Bragg-Gitter-Wellenleiters in Transmission (schwarze Kurve) und in Reflexion (graue Kurve) dargestellt. Der Transmissionsverlust des dargestellten BGW beträgt ≥ 36 dB, was einem Dämpfungswert von $\alpha \geq 16$ dB/cm entspricht (bei $\lambda = 1550$ nm, FWHM $\Delta\lambda = 1$ nm, BGW-Länge 22 mm). Der spektrale Peak des Bragg-Gitters erreicht eine Reflektivität von $\beta = 70\%$. In Abhängigkeit der Laserintensität und BGW-Länge variiert die FWHM des Bragg-Gitter-Peaks typischerweise zwischen $\Delta\lambda = 0,2$ nm und $\Delta\lambda = 2$ nm.

Diskussion der Bragg-Gitter-Wellenleiter in Quarzglas

Vergleicht man die in dieser Arbeit erreichte Transmissionsdämpfung mit den in der Literatur genannten Werten, dann wurden mit den in dieser Arbeit hergestellten Strukturen mit $\alpha \geq 16$ dB/cm die stärksten BG-Signale in Quarzglas erzeugt. Im Vergleich dazu lag die BG-Dämpfung von Zhang et al. [5] bei $\alpha \geq 2,2$ dB/cm beziehungsweise Zhang et al. [99] bei $\alpha \geq 8,4$ dB/cm und von Brown et al. [71] bei $\alpha \geq 13,2$ dB/cm.

Zusätzlich ist die im Zuge dieser Arbeit erreichte Reflektivität mit $\beta = 70\%$ im Vergleich zu [5] und [71] (beide $\beta \cong 40\%$) deutlich höher. Nur Zhang et al. [99] konnten mit der „burst writing“-Technik eine Reflektivität von $\beta = 91\%$ in einem 50 mm langen BGW erreichen. Bei deren Veröffentlichung wurde darauf verzichtet, den Versuchsaufbau zur Reflektivitäts-Bestimmung näher zu beschreiben, was einen Aufschluss auf die Vergleichbarkeit der Werte verhindert.

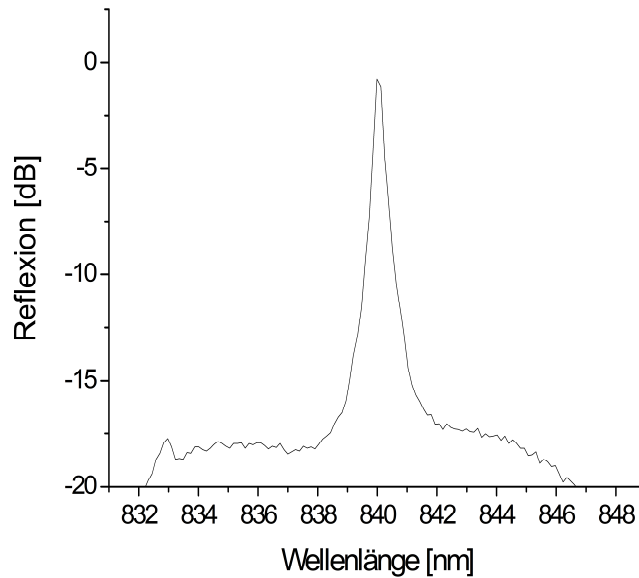


Abbildung 4.7 Reflexions-Spektrum eines BWG-Bündels. Die relative Abschwächung der Reflexion beträgt ≥ 17 dB bei einer Bragg-Gitter-Länge von 21 mm.

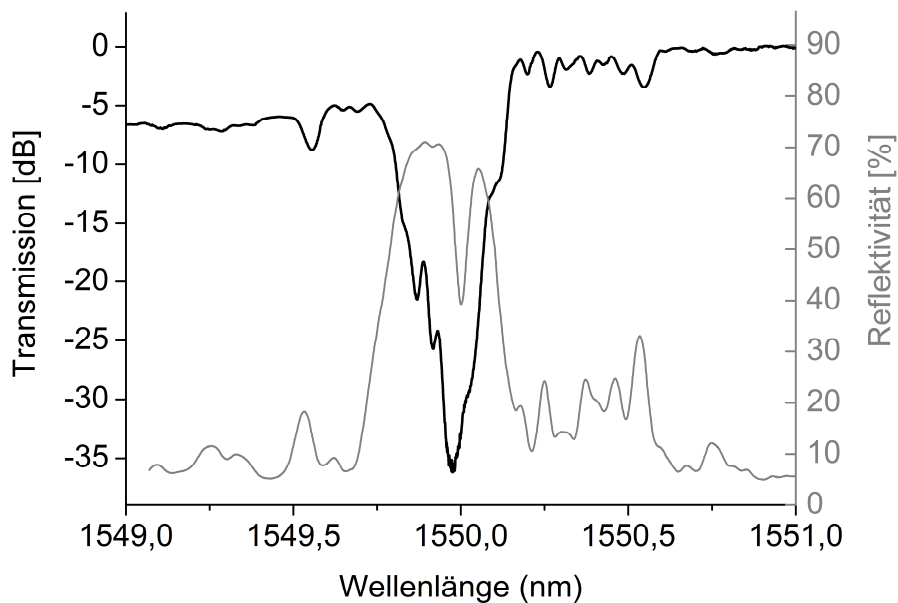


Abbildung 4.8 Spektrale Transmission und Reflektivität eines BWG-Bündels in Quarzglas bei $\lambda = 1300$ nm.

4.1.4.2 Thermische Stabilität der BGW

Die thermische Stabilität der BGW-Bündel wurde durch stufenweises Erhitzen bestimmt. Hierbei wurde die Probe auf die gewählte Temperatur gebracht und über einen Zeitraum von einer Stunde gehalten. Anschließend kühlte die Probe auf $t = 21^\circ\text{C}$ ab und das BG-Signal wurde gemessen. Diese Prozedur wurde für alle Temperaturschritte wiederholt und ist in Abbildung 4.9 graphisch dargestellt. Die BGW waren bis zu einer Temperatur von $t = 250^\circ\text{C}$ stabil. Über $t = 300^\circ\text{C}$ sank die Intensität des Signals signifikant ab (Abbildung 4.9).

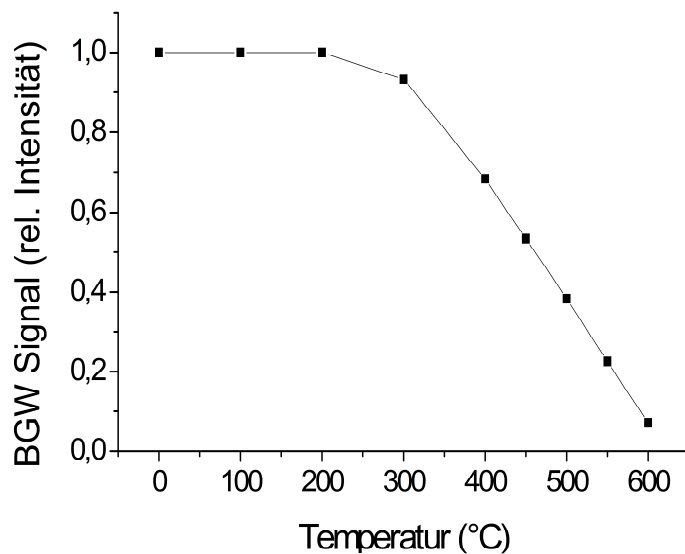


Abbildung 4.9 Thermische Stabilität eines BGW-Bündels. Für jeden Temperaturschritt wurde die Probe aufgeheizt und für eine Stunde bei konstanter Temperatur gehalten. Nach jedem Temperaturschritt wurde die Probe abgekühlt und das reflektierte Bragg-Gitter-Signal gemessen.

Diskussion des thermischen Verhaltens von BGW

Eine Ursache für die Abnahme des BGW-Signals sind vermutlich Ausheilprozesse von Defekten innerhalb des Substratmaterials. Bei einer Temperatur von $t = 500^\circ\text{C}$ ist die Signalintensität um etwa 60% gesunken. Da Farbzentren und Sauerstofffehlstellen ebenfalls nur bis zu dieser Temperatur existieren können [30,36], kann angenommen werden, dass diese Defekte hauptsächlich für die Brechzahländerung der Wellenleiter und Bragg-Gitter verantwortlich sind (Kapitel 2.2.2.3).

Da das Signal erst bei $t > 650^\circ\text{C}$ vollständig ausheilt, ist dies ein Hinweis darauf, dass andere Effekte als die Defektbildung eine Rolle für die Brechzahländerung in Quarzglas spielen. In Betracht kommt etwa eine Neuordnung der Materialmatrix (Kapitel 2.2.2.4).

4.2 Wellenleiter in ausgewählten silikatischen Gläsern und weiteren Materialien

Im vorigen Kapitel wurde gezeigt, dass sich synthetisches Quarzglas sehr gut für eine sensorische Funktionalisierung des Materials eignet. Dieses Verfahren ist jedoch nicht allein auf Quarzgläser beschränkt. Wird das fs-Laser-Direktschreibverfahren auf andere Materialien angewandt, eröffnet sich ebenfalls die Möglichkeit, diese mit sensorischen Eigenschaften zu versehen. In diesem Kapitel wird die Machbarkeit der fs-Laser-Direkteinschreibung von Wellenleiterstrukturen in einer Auswahl von silikatischen Gläsern und weiteren optisch transparenten Materialien demonstriert. Es hat sich auch gezeigt, dass das fs-Laser-Einschreibverfahren für die Erzeugung von wellenleitenden Strukturen individuell an die Materialien anzupassen ist, da sich die Wechselwirkungsmechanismen mit den fs-Laserpulsen und die induzierten Strukturänderungen im Material sehr unterschiedlich auf den Brechungsindex auswirken.

4.2.1 Typ-I Wellenleiter in AF32-Ultradünnglas

Die stofflichen Hauptbestandteile von Aluminium-Borosilikat sind 60-70% Siliziumdioxid (SiO_2), 10-20% Bortrioxid (B_2O_3) und 10-20% Aluminiumoxid (Al_2O_3) [100].

Das Netzwerk des Glases wird durch SiO_2 -Tetraeder und B_2O_3 -Dreiecke gebildet, wobei das Aluminium als Al^{3+} -Ion vorliegt und sich in den Netzwerk-Zwischenräumen anlagert [7]. Der Brechungsindex beträgt $n = 1,5054$ (bei $t = 20^\circ\text{C}$, $p = 1$ bar und $\lambda = 800$ nm) [16,101].

Das alkalifreie Aluminium-Borosilikat-Glas AF32 (Schott AG) wurde hauptsächlich für industrielle Anwendungen in der Wafer-Produktion und zur Herstellung von MEMS („microelectromechanical systems“) entwickelt. Eine vorteilhafte Eigenschaft ist die hohe Beständigkeit gegenüber Chemikalien und Temperaturschwankungen sowie die Möglichkeit in der Herstellung von Glasfolien mit sehr geringen Glasdicken von bis zu $25\text{ }\mu\text{m}$.

4.2.1.1 Motivation (AF32)

AF32 hat einen Wärmeausdehnungskoeffizient, der in etwa dem von Silizium entspricht und ist daher grundsätzlich gut geeignet um durch Bonden mit Siliziumwafern verbunden zu werden. Daher eignet es sich als optisches Packaging-Material in der Halbleiterindustrie, wo geringe Materialstärken wünschenswert sind.

Für die Anwendung „Optisches Dünnglas-Siegel“ (Kapitel 5.3) wurde ein möglichst dünnes Glassubstrat gesucht, mit dem Ziel dieses mit neuen sensorischen Eigenschaften zu versehen. Voraussetzung hierfür war das erfolgreiche Einbringen von Typ-I-Wellenleitern, da sich diese besonders gut für das zusätzliche Einfügen von Bragg-Gitter-Strukturen eignen.

4.2.1.2 Experiment-Durchführung und Ergebnisse (AF32)

Die AF32-Substrat-Proben weisen eine Dimension von $50\text{ mm} \times 50\text{ mm} \times 0,1\text{ mm}$ auf und die Oberflächen sind mit einer Rauigkeit von $R \leq 1\text{ nm RMS}$ („root-mean-squared roughness“) spezifiziert [101].

Diese $100\text{ }\mu\text{m}$ dicken Dünnglas-Substrate zeigen produktionsbedingte Verbiegungen, welche das Einschreiben der Wellenleiter in einer konstanten Tiefe zur Oberfläche verhindern. Daher war es notwendig die Substrate auf einer sehr ebenen Unterlage flächig zu fixieren. Hierfür wurde eine Glasplatte ($75\text{ mm} \times 75\text{ mm} \times 4\text{ mm}$, BK7-Fenster, *Edmund Optics GmbH*) verwendet, deren Oberflächen-Ebenheit mit $\lambda/4$ spezifiziert ist. Das Ultradünnglas wird mit 5 bis $10\text{ }\mu\text{l}$ Ethylenglykol auf der Unterlage befestigt. Durch die Adhäsionskraft wird das Dünnglas-Substrat hierbei fest mit der Unterlage verbunden sodass dieses plan aufliegt. Der Vorteil dieser Vorgehensweise ist nicht nur eine sehr ebene Lage des Substrats, sondern auch eine gute Handhabbarkeit der Unterlage, die mit einer Klemme auf dem Probenhalter fixiert wird.

Für die Erzeugung von Typ-I-Wellenleitern wurde ein 40-fach Mikroskopobjektiv mit einer NA von 0,5 verwendet. Die verwendete Laserpulsenergie betrug $E = 140\text{ nJ}$. Das Wellenleiterbündel besteht aus 49 parallelen Schreibdurchgängen (Abbildung 4.10a), wobei der Abstand einzelner fs-Laser-Schreibdurchgänge in y- und z-Richtung $1,4\text{ }\mu\text{m}$ beträgt. Der Durchmesser einer Bündelstruktur beträgt $7\text{ }\mu\text{m}$ und der Einschreibprozess erfolgte mit einer Geschwindigkeit von $v = 1\text{ mm/s}$ in einer Tiefe von $60\text{ }\mu\text{m}$.

Zum Test der Wellenleiter wurde Licht über eine Glasfaser mit einer Wellenlänge von $\lambda = 850\text{ nm}$ durch Ende-zu-Ende-Ankopplung in den erzeugten Typ-I-Wellenleiter eingekoppelt. Durch den geringen Abstand von $0,7\text{ }\mu\text{m}$ der einzelnen Laser-Schreibdurchgänge innerhalb des Bündels überlappen die einzelnen Durchgänge, wodurch das zusammengesetzte Bündel eine nahezu einheitliche Struktur ausbildet (Abbildung 4.10b). Das am Ende des Substrats auf eine CCD-Kamera abgebildete Modenfeld ist in Abbildung 4.10c zu sehen. Hierbei fällt auf, dass beim Modenfeld eine schwache Streuung in y-Richtung auftritt.

Die Transmissionsdämpfung innerhalb des Typ-I-Wellenleiters wurde mit $\alpha = 0,2 (\pm 0,04)\text{ dB/cm}$ bestimmt.

Durch die positive Brechzahländerung in diesem Material konnten außer Wellenleiter des Typs I auch Bragg-Gitter-Sensoren eingebracht werden. Prinzipiell erfolgt das Verfahren zu deren Herstellung analog zu der Technik in Quarzglas (Kapitel 4.1.4). Details zur Herstellung von Bragg-Gitter in AF32 werden in Kapitel 5.3.2 beschrieben.

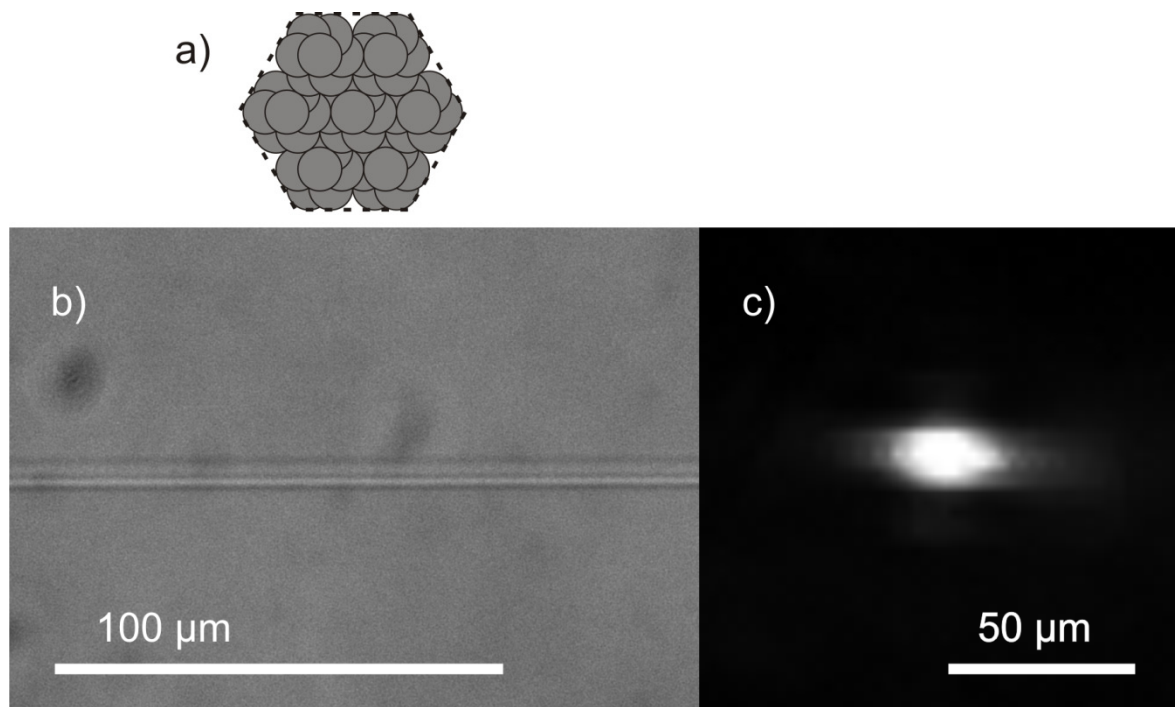


Abbildung 4.10 Wellenleiter des Typs I in AF32. A) Schematisches Profil eines fs-Laser-erzeugten Typ-I-Wellenleiterbündels. b) Mikroskopbild des Typ-II-Wellenleiters in Aluminium-Borosilikat AF32 c), Modenfeld an der Endfacette der Probe.

4.2.2 Typ-II-Wellenleiter in porösen Glasmembranen

Poröse Glasmembranen sind thermisch bearbeitete Alkaliborosilikatgläser mit einem Anteil von 96% Siliziumdioxid (SiO_2) sowie 4% Natriumoxid (Na_2O) und Bortrioxid (B_2O_3) [102].

Durch ein spezielles Verfahren wird aus Alkaliborosilikatglas ein poröses Glas, *boraglas® Glasmembranen (Boraident GmbH)*, hergestellt. Mit Hilfe eines Extraktionsprozesses beziehungsweise durch thermische Phasenseparierung (Entmischung) können Glas-Membranen mit definierten Porengrößen (1-100 µm) gewonnen werden. [103]. Typisch für poröse Gläser ist deren schwammartige Struktur (Abbildung 4.11) [104].

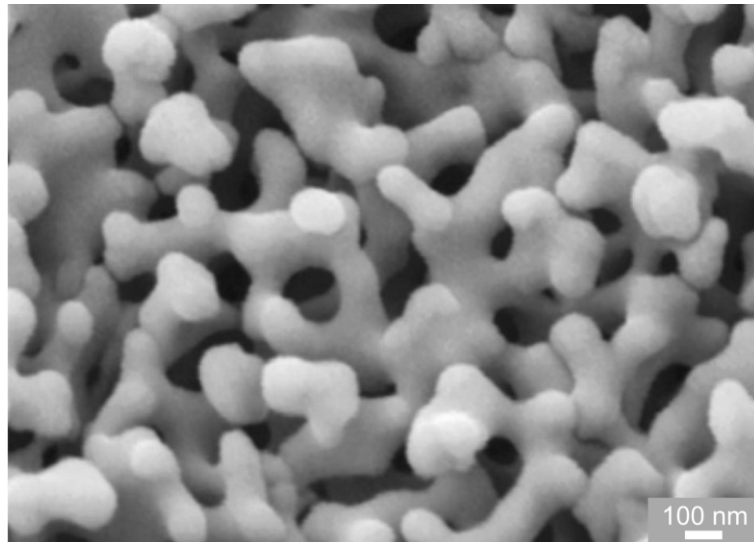


Abbildung 4.11 REM-Aufnahme (Raster-Elektronen-Mikroskop) von nanoporösem Alkaliborosilikatglas. Charakteristisch für poröses Glas ist die schwammartige Struktur. Aus [104].

4.2.2.1 Motivation (poröse Glasmembranen)

Die Einbringung von lichtleitenden Wellenleitern in porösen Glasmembranen ist für eine Vielzahl von Anwendungen interessant, da der Porenraum eine gute Wechselwirkung mit dem im Wellenleiter geführten Licht ermöglicht. Der Wellenleiter könnte beispielsweise für eine optische Überwachung einer durchströmten Membran verwendet werden. Absorptions- bzw. Transmissionsmessungen könnten als Qualitätsmerkmal für den Zustand (Fluss/Verstopfung) der Membran verwendet werden. Im Gegensatz zu Anwendungen, in welchen die evaneszente Wechselwirkung von Wellen an einer Grenzfläche genutzt werden, um den Effekt der effektiven Brechzahländerung zu nutzen, führt ein Wellenleiter eines porösen Mediums durch einen Teil des Volumens eines Stoffgemischs. Hierdurch ist zu erwarten, dass ein vergleichsweise starker Oberflächeneffekt mit einem Gas oder einer Flüssigkeit auftritt, die sich im Porenraum befindet. Im Gegensatz dazu findet bei einer evaneszenten Wechselwirkung die Interaktion der Welle nur an einem vergleichsweise kleinen Bereich nahe der Grenzfläche statt. Auch durch die gezielte Einbringung von Substanzen in Nanoporen könnten z.B. neuartige optisch nichtlineare Prozesse im Wellenleiter ermöglicht werden. Mit einer erfolgreichen Umsetzung der fs-Laser-Einschreibetechnik zur Integration Wellenleiter in dieses Material kann daher das Material auf eine neuartige Weise funktionalisiert werden.

4.2.2.2 Experiment-Durchführung und Ergebnisse (poröse Glasmembranen)

Das Borosilikat-Substrat mit einer Porengröße von $d = 2 \text{ nm}$ und einer Dimension von $10 \text{ mm} \times 10 \text{ mm} \times 1 \text{ mm}$ war auf allen Seiten der Probe poliert. Als fokussierende Optik für die Erzeugung von Wellenleiterstrukturen wurde ein $10\times$ -Mikroskopobjektiv verwendet. Die eingesetzte Laserpulsenergie betrug hierbei $E = 1,5 \text{ }\mu\text{J}$. Die erzeugte Brechzahländerung innerhalb des Bündels war negativ. Für die Herstellung

von Wellenleitern des Typs II wurde nur eine Spur erzeugt, die ihrerseits aus einem Bündel von 19 fs-Laser-Schreibdurchgängen bestand (Abbildung 4.12). Der Abstand der Durchgänge betrug in y- und z-Richtung $2\text{ }\mu\text{m}$, so dass eine ca. $10\text{ }\mu\text{m}$ durchmessende Spur entstand. Die Schreiftiefe der Spuren betrug $100\text{ }\mu\text{m}$. Die Pulsenergie des fs-Lasers betrug $E = 0,8\text{ }\mu\text{J}$ bei einer Geschwindigkeit von $v = 1\text{ mm/s}$.

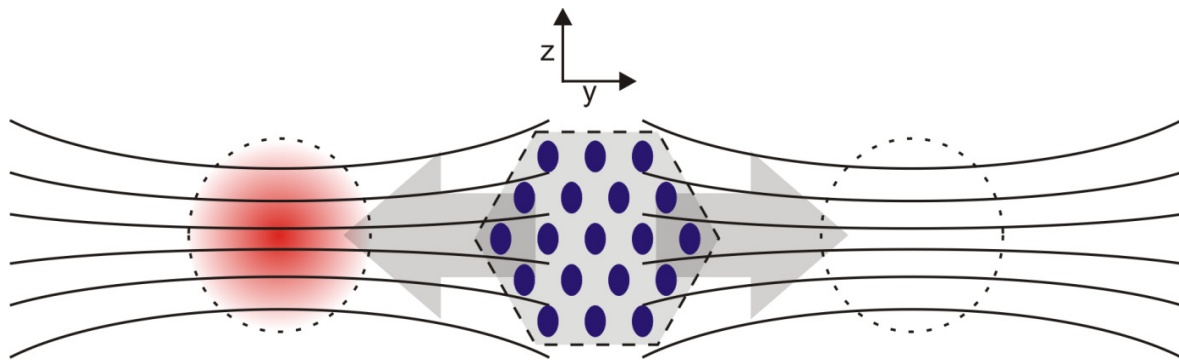


Abbildung 4.12 Profil-Skizze eines laserinduzierten Typ-II-Wellenleiters. Im Abstand von $20\text{ }\mu\text{m}$ zur erzeugten Spur entsteht eine stressinduzierte Brechzahlerhöhung, die der Wellenleitung dient. Bei der stirnseitigen Ankopplung einer Glasfaser an den Wellenleiter kann nur auf jeweils einer Seite der Spur gleichzeitig eingekoppelt werden. Die gestrichelten Kreise deuten ein idealisiertes Modenprofil an, wobei die Form je nach Spannungs-Feld von der Kreisform abweichen kann. Der rote kreisförmige Fleck weist exemplarisch auf eine Licht-Einkopplung auf der linken Seite, wobei eine Einkopplung auf der rechten Seite ebenso möglich ist.

Wie in Abbildung 4.13 (links) zu erkennen ist, wurde eine Glasfaser mit Ende-zu-Ende-Ankopplung in den stressinduzierten Wellenleiter eingekoppelt. Das eingekoppelte Licht hatte eine Wellenlänge von $\lambda = 850\text{ nm}$. Da die Wellenleitung parallel versetzt zu der makroskopisch erkennbaren Spur geführt wird, wurde das Ende der Glasfaser gegenüber der Spur leicht versetzt justiert, was in Abbildung 4.13 erkennbar ist. Der Abstand des spannungsinduzierten Lichtleiters zur eingebrachten Spur beträgt $20\text{ }\mu\text{m}$. In Abbildung 4.13 (rechts) ist das nahezu kreisrunde Modenbild des Wellenleiters zu sehen. Der Durchmesser des Modenfeldes beträgt etwa $8\text{ }\mu\text{m}$.

Außer des hier vorgestellten Substrats mit einer Porengröße von $d = 2\text{ nm}$ wurden weitere Substrate mit Porengrößen von $d = 5\text{ nm}$ und $d = 10\text{ nm}$ bearbeitet. Es zeigte sich jedoch, dass aufgrund der Porengröße eine sehr starke Lichtstreuung auftritt, die das Einbringen von stressinduzierten Wellenleiterstrukturen und eine Lichtleitung verhindert. Durch die Porengröße erscheint das Material im Mikroskopbild intransparent, weshalb eine Untersuchung des bearbeiteten Bereichs im Material mit Hilfe des Durchlichtmikroskops nicht möglich war.

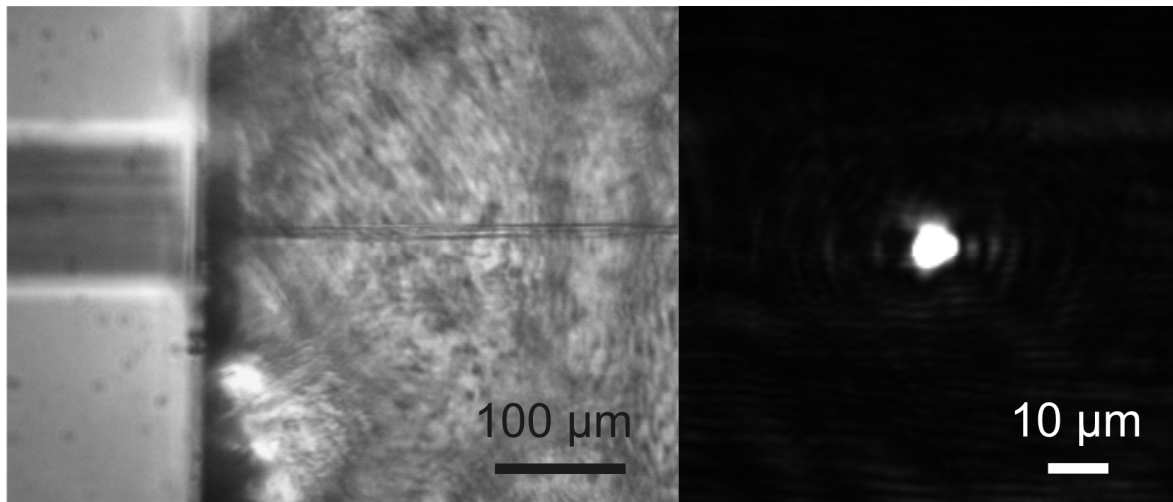


Abbildung 4.13 Typ-II-Wellenleiter in porösem Alkaliborosilikat (Porengröße $d = 2$ nm). Die Wellenleitung erfolgt 20 µm neben einer durch fs-Laserbearbeitung erzeugten Spur (links) mit Brechzahlerniedrigung. Die Glasfaser wurde nicht zentral, sondern neben der fs-Laser-bearbeiteten Spur zur Lichteinkopplung positioniert. Rechts: Modenfeld an der Endfacette.

4.2.3 Typ-II-Wellenleiter in Borosilikatglas

Die Hauptbestandteile von Borosilikatglas (*Borofloat33*, *Schott AG*) sind 81% Siliziumdioxid (SiO_2), 13% Bortrioxid (B_2O_3), 4% Alkalioxide (Natriumoxid Na_2O ; Kaliumoxid K_2O) und 2% Aluminiumoxid (Al_2O_3) [105].

Bei borosilikatischen Gläsern gibt es zwei Netzwerk-Bildner: Silizium und Bor. Die weiteren Inhaltsstoffe sind entweder mit dem Silizium oder mit dem Bor verbunden [7]. Der Brechungsindex des Materials beträgt $n = 1,4661$ (bei $\lambda = 850$ nm, $t = 20^\circ\text{C}$ und $p = 1$ bar) [16]. Borosilikat ist aufgrund seiner Beständigkeit gegenüber Chemikalien und Temperaturänderungen ein beliebter Werkstoff für Glasbehälter in der Chemie und Industrie und findet auch Verwendung als optisches Glas bei Linsen und Objektiven. In der Industrie sind Borosilikatgläser auch unter ihren Handelsnamen bekannt wie: *Borofloat* und *BK7* (*Schott AG*), *Duran* (*Jenaer Glas*) und *Pyrex* (*Arc International Cookware*, ehemals *Corning Inc.*).

4.2.3.1 Motivation (Borosilikatglas)

Aufgrund seines geringen Wärmeausdehnungskoeffizienten eignet sich Borosilikatglas für das Bonden mit Silizium auf einem Wafer. Dies macht dieses Material attraktiv, um es vor oder nach einer sensorischen Funktionalisierung mit Siliziumkomponenten zu kombinieren. Durch eine Mikrostrukturierung von Borosilikatglas mit Silizium wie beispielsweise ein leitender Durchbruch aus Silizium (*TGV-Glas*, *Through Glass Vias*) kann ein Si-Glas-Hybridmaterial hergestellt werden. In Kombination mit der fs-Laser-Einbringung von Wellenleiterstrukturen ergeben sich hierbei vielfältige Möglichkeiten optische und elektrische Funktionen innerhalb eines Substrats miteinander zu verbinden. Beispiele hierfür sind elektrooptische Schalter und Sensoren.

Borosilikatglas eignet sich außerdem sehr gut zur Herstellung von mikrofluidischen Komponenten, da Laser-erzeugte offene Kanalstrukturen relativ einfach durch Bonding mit einem Glasdeckel geschlossen werden können.

4.2.3.2 Experiment-Durchführung und Ergebnisse (Borosilikatglas)

Als Probenmaterial stand ein Borosilikat-Substrat mit einer Dimension von $50\text{ mm} \times 50\text{ mm} \times 1\text{ mm}$ zur Verfügung, dessen Oberfläche poliert war. Zur Herstellung von Wellenleitern des Typs II wurden zwei parallele Spuren mit einem Abstand von $60\text{ }\mu\text{m}$ erzeugt (Abbildung 4.14 und Abbildung 4.15). Innerhalb der einzelnen Spuren, die jeweils aus einem Set mit parallelen Laserdurchgängen bestehen, entsteht eine Brechzahlerniedrigung. Eine stressinduzierte Wellenleitung findet jeweils beiderseits der Spuren statt, wobei eine maximale Lichtleitung zwischen den beiden Spuren erfolgt.

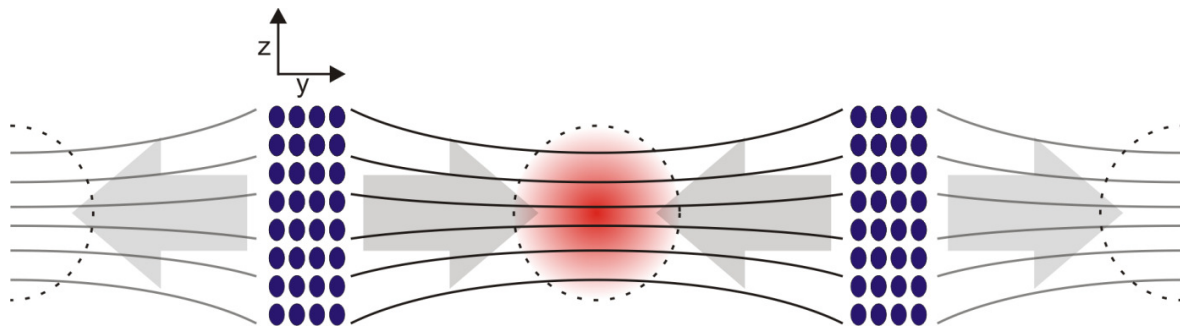


Abbildung 4.14 Profil-Skizze von laserinduzierten Bündelstrukturen mit einem rechteckigen Profil (in y- und z-Richtung). Beiderseits einer Bündelstruktur erhält man ein stressinduziertes Brechzahlmaximum (Kapitel 2.3.2). Im Fall von zwei mit einem Abstand von $60\text{ }\mu\text{m}$ hergestellten Bündeln liegt das Brechzahlmaximum zentral zwischen zwei Bündelstrukturen.

Die zwei Spuren bestehen jeweils aus einer Bündelstruktur, die aus 32 fs-Laser-Durchgängen mit einem rechteckigen Profil (in y- und z-Richtung) aufgebaut ist. Der Abstand der einzelnen fs-Laser-Durchgänge in y- und z-Richtung innerhalb eines Bündels beträgt $2\text{ }\mu\text{m}$.

Für die Erzeugung der Spuren wurde ein $20\times$ -Mikroskopobjektiv mit einer Schreibgeschwindigkeit von $v = 1\text{ mm/s}$ und einer Laserpulsenergie von $E = 1,6\text{ }\mu\text{J}$ verwendet. Die erzeugte Spur hatte eine Ausdehnung von $8\text{ }\mu\text{m} \times 16\text{ }\mu\text{m}$ (**Abbildung 4.15**). Ein für die Wellenleitung optimaler y-Abstand der Spuren beträgt $60\text{ }\mu\text{m}$.

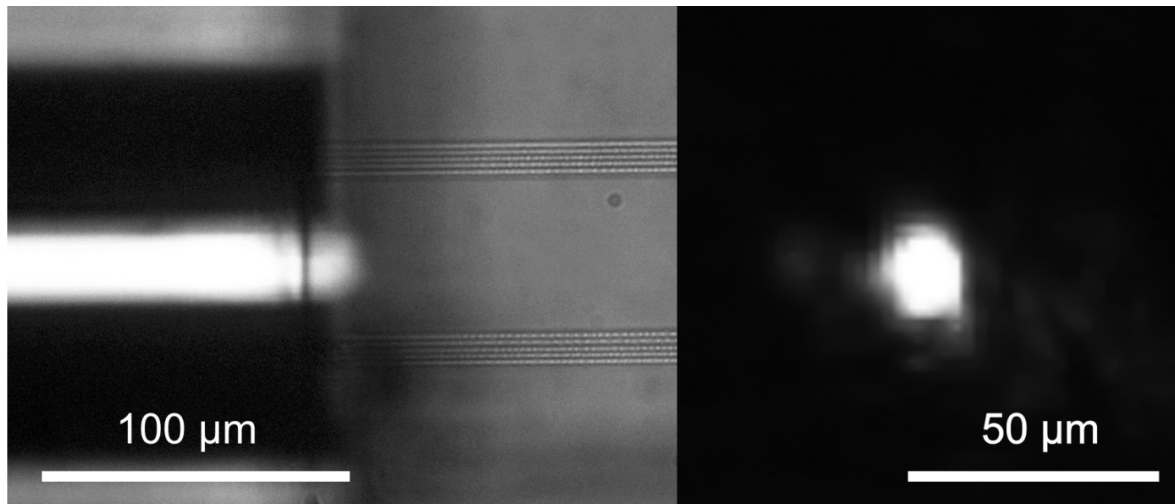


Abbildung 4.15 Typ-II-Wellenleiter in Borosilikat . Links: Mikroskopbild fs-Laser bearbeitete Spuren mit Brechzahlerniedrigung. Die stressinduzierte Wellenleitung findet zwischen den beiden erzeugten Spuren statt, welche einen Abstand von 60 µm aufweisen. Rechts: Das Kamerabild des Modenfelds an der Endfacette der Probe.

Bei den Untersuchungen mit Borosilikat-Substrat wurden die Typ-II-Wellenleiter weiterentwickelt und hinsichtlich der Intensität und Form des Modenfeldes optimiert. Hierbei zeigte sich, dass sich eine rechteckige Form der bündelförmigen Spur wie in Abbildung 4.14 dargestellt zu helleren und kontrastreicher Modenfeldern führt. Weiterhin wurde der Abstand der Spuren variiert. Bei y-Abständen von 80 µm begann sich das Modenfeld in zwei Moden aufzuteilen, was bedeutet, dass sich die stressinduzierten Maxima der beiden Spuren nicht mehr überlappen. Abstände mit weniger als 50 µm führen zu geringer oder nicht vorhandener Wellenleitung. Der Aufbau der rechteckigen Spur zeigt eine Zunahme der Helligkeit, wenn die Anzahl der Schreib-Durchgänge in y-Richtung größer wird. Mehr als vier parallele Durchgänge in y-Richtung bewirken keine weitere Zunahme der Modenhelligkeit im Kamerabild.

Bei einer weiteren Voruntersuchung wurde ein Hybridmaterial (*TGV-Glas*), Borosilikat mit eingefügten Siliziumstreifen (70 mm × 0,1 mm × 0,5 mm), verwendet. In das Borosilikat wurde in einem Abstand von 30 µm und parallel zu der Siliziumstruktur ein Typ-II-Wellenleiter eingebracht. Dabei zeigte sich eine Änderung des Modenfelds im Kamerabild, als eine am Silizium angelegte Spannung variiert wurde. Die Spannung betrug dabei $U = 0 \text{ V}$ bis 30 V.

Dies zeigt, dass dieses Hybridmaterial ein sehr großes Potenzial hat, um es für die Herstellung von elektrooptisch-geschalteten Komponenten zu nutzen.

4.2.4 Typ-III-Wellenleiter in Strontiumtitanat

Strontiumtitanat (SrTiO_3) ist ein ionisch gebundenes, farbloses Mineral aus der Klasse der Oxide und Gruppe der Titanate [6]. Es weist einen Schmelzpunkt von $t = 2080^\circ\text{C}$ auf und besitzt einen Brechungsindex von 2,342 (bei $\lambda = 800\text{ nm}$) [16]. In kristallinem Zustand liegt ab $t = -170^\circ\text{C}$ eine kubische Perowskit-Kristallstruktur vor. Für alle kubischen Minerale gilt, dass deren Brechzahl-Indikatrix kugelförmig ist, was bedeutet, dass der Brechungsindex in allen Raumrichtungen gleich (optisch isotrop) ist.

Eine weitere spezielle Eigenschaft von SrTiO_3 ist dessen nicht vorhandene Ferroelektrizität (bis hin zum absoluten Nullpunkt), die als paraelektrisch bezeichnet wird [106]. Daher weist Strontiumtitanat keine parallel ausgerichteten permanenten elektrischen Dipolmomente auf.

4.2.4.1 Motivation (Strontiumtitanat)

Strontiumtitanat ist durch seinen hohen Schmelzpunkt für Anwendungen mit Temperaturen bis über $t = 2000^\circ\text{C}$ attraktiv. Weiterhin ist dieses Material aufgrund seiner guten Speicherfähigkeit von Ladungsträgern und sehr guten Isolationseigenschaften interessant für einen Einsatz in der Mikroelektronik und wird beispielsweise in Kondensatoren eingesetzt. Durch erfolgreiches Einfügen von Wellenleitern können Hochtemperatur-Anwendungen oder Anwendungen mit einer Kombination von optischen Lichtleitern und elektrischen Kondensatoren ermöglicht werden.

4.2.4.2 Experiment-Durchführung und -Ergebnisse (Strontiumtitanat)

Es wurde ein $20\text{ mm} \times 20\text{ mm} \times 1\text{ mm}$ messendes, einkristallines SrTiO_3 -Substrat in (100)-Symmetrie zur Schnittfläche (bzw. Kanten: (010)/(001)) verwendet, welches an beiden Oberflächen poliert ist. Für Experimente zur Herstellung von Typ-III-Wellenleitern wurden drei verschiedene Durchmesser hergestellt. Der Abstand der fs-Laser-Durchgänge betrug dabei $3\text{ }\mu\text{m}$. Die Radien betrugen $12\text{ }\mu\text{m}$ (26 Durchgänge), $15\text{ }\mu\text{m}$ (32 Durchgänge) und $18\text{ }\mu\text{m}$ (39 Durchgänge). Die fs-Pulsenergien betrugen jeweils $20\text{ }\mu\text{J}$ bei einer Geschwindigkeit von $v = 1\text{ mm/s}$. Die Schreiftiefe des Zentrums der Typ-III-Wellenleiter betrug $191\text{ }\mu\text{m}$. Als fokussierende Optik wurde aufgrund der hohen Pulsenergien ein $40\times$ -Mikroskopobjektiv verwendet. Hierbei wird die vom Strahlkegel durchdringende Kreisfläche auf der Oberfläche des Substrats gegenüber einem $20\times$ -Objektiv vergrößert. Dies hilft Oberflächenzerstörung durch Überschreiten der Zerstörschwelle zu vermeiden.

In Abbildung 4.16 (links) sind die hohlzylindrischen Strukturen in Aufsicht zu erkennen. Der Abstand zum Probenrand von etwa $80\text{ }\mu\text{m}$ entsteht durch das Mikroskopobjektiv mit hoher NA (0,6). Hierbei wird der Laserstrahl, bedingt durch die Schreiftiefe, an der Probenkante unterbrochen. Das abgebildete Modenfeld der Typ-III-Wellenleiter ist in Abbildung 4.16 (rechts) zu sehen, wobei eine deutliche Transmission für alle drei Radien feststellbar ist. Die Energieverteilung der Moden-

felder von allen drei Wellenleitern zeigt eine leicht elliptische bis kreisrunde Form. Leichte Streuzentren zeigen in unterschiedliche Richtungen. Da bereits bei einem Radius von $12\text{ }\mu\text{m}$ ein intensives Modenfeld gebildet wird, ist dies ein Hinweis darauf, dass die abgebildeten Modenfelder der größeren Radien ($15\text{--}18\text{ }\mu\text{m}$) mehrmodig sein könnten. Dies wurde im Rahmen der Voruntersuchung nicht weiter untersucht. Hiermit wurde erstmals gezeigt, dass die Herstellung von Wellenleitern des Typs III mit negativer Brechzahländerung in Strontiumtitanat möglich ist.

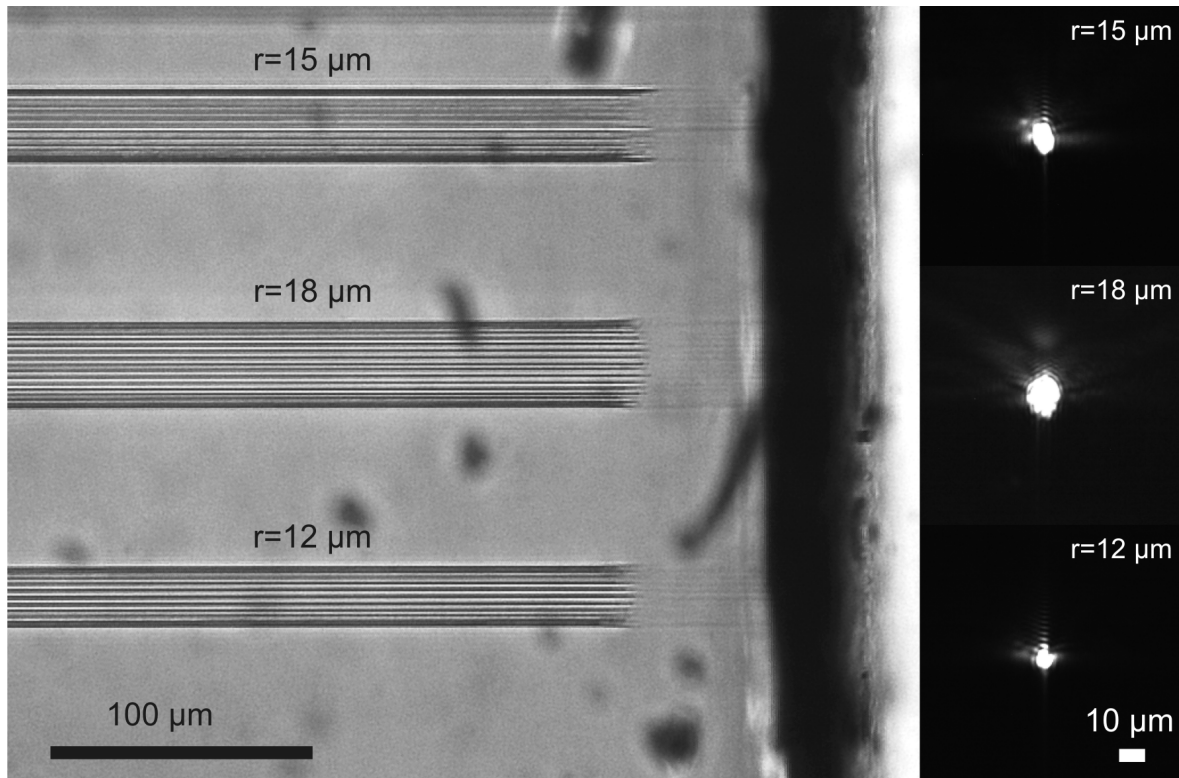


Abbildung 4.16 Typ-III-Wellenleiter in kristallinem SrTiO_3 . Links: Mikroskopbilder der hohlzylinderförmigen Wellenleiterstrukturen im Substrat. Die angegebenen Radien beziehen sich auf den Abstand der bearbeiteten Spuren zum Zentrum. Die Wellenleiter enden ca. $80\text{ }\mu\text{m}$ vor der Kante, da der Laser-Strahlkegel dort von dem Probenende teilweise unterbrochen wurde. Rechts: Die zu den Typ-III-Wellenleitern zugehörigen mit einer CCD-Kamera aufgenommenen Nahfeld-Modenbilder.

5 Anwendungen

5.1 Optische Koppler

Bei der Realisation von integrierten optischen Komponenten in transparenten Materialien sind optische Koppler ein fundamentales Element zur Verbindung oder Aufteilung von Lichtwellenleitern. Optische Kopplerstrukturen basieren wie die Wellenleiter selbst auf räumlichen Brechzahlmodifikationen innerhalb des Glassubstrats. Das in Kapitel 2.3.1 und 4.1.1 beschriebene Punkt-zu-Punkt-Direkt-Einschreibetechnik für die Herstellung von Wellenleitern wird ebenfalls zur Koppler-Herstellung verwendet.

Die fs-Laser-basierte Herstellung von optischen Kopplern erfordert Wellenleiterbündel, die eine gekrümmte Form aufweisen und sich Y-förmig in zwei Kopplerarme aufspalten. Die Form der beiden Kopplerarme besteht aus jeweils zwei hintereinander gesetzten Kreisbögen mit umgekehrten Winkelvorzeichen. Der Grund für dieses Design ist eine parallele Orientierung der Eingangs- und Ausgangs-Wellenleiter. Dieses Design bietet den Vorteil einer geringen Größe und vereinfacht das Ein- und Auskoppeln von Licht beziehungsweise das Anfügen und Fixieren von Glasfasern an die Stirnfläche der Proben.

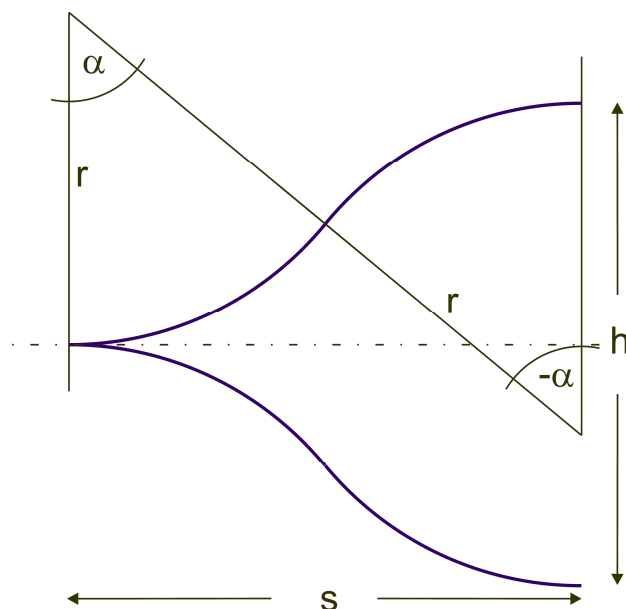


Abbildung 5.1 Geometrischer Aufbau zweier Kopplerarme. Die Winkel und Radien aller zusammengesetzten Kreisbögen sind gleich groß. Geometrische Größen: s : Kreissehne; r : Radius; α : Winkel; h : Kanalabstand.

Um für einen Koppler die Länge der Kreissehne s (Abbildung 5.1) zu berechnen, wird die allgemeine Formel zur Berechnung der Kreissehne eines Kreissegments herangezogen. Mit dem Radius r und der Segmenthöhe h erhält man:

$$s = 2 \sqrt{r^2 - \left(r - \frac{h}{4}\right)^2} \quad (5.1)$$

Somit können bei bekanntem Radius und dem Abstand der Kanäle (Segmenthöhe) die erforderliche Proben-Dimension oder aus einer vorgegebenen Probengröße der maximal mögliche Kanalabstand (oder der minimale Krümmungsradius) des Kopplers berechnet werden.

Die Transmissionsdämpfung der Wellenleiterbündel ist abhängig vom Krümmungsradius. Diesbezüglich wurden die Dämpfungswerte der Transmission in Abhängigkeit des Radius und der Schreibgeschwindigkeit experimentell an einer Quarzglasprobe ermittelt. Für diese Messung wurde für alle Wellenleiterbündel ein 20×-Mikroskopobjektiv, eine Bündelkonfiguration von 19-Durchgängen sowie eine Laserpulsenergie von 200 nJ gewählt. Die Schreiftiefe für alle Durchgänge war 100 µm. Die Bogenlänge wurde konstant gehalten, so dass die Gesamtlänge der Wellenleiter mit 22 mm bei allen Radien gleich groß war.

Abbildung 5.2 zeigt, dass für Schreibgeschwindigkeiten von 5 µm/s (10 µm/s) die Dämpfungen ab Radien von 50 mm (70 mm) <5 dB gefallen sind. Bei größeren Radien sinken die Verluste weiter. In weiteren Versuchen hat sich gezeigt, dass die Verluste bei Radien ab 100 mm auch bei großen Winkeln (α) gegenüber den übrigen Verlusten wie Transmissionsverluste und Ankoppelverluste mit 0,1 dB zu vernachlässigen sind. Weiterhin konnten in nachfolgenden Experimenten ähnlich niedrige Verluste (0,1 dB) ab Radien von 100 mm bei einer deutlich größeren Schreibgeschwindigkeit von $v = 1$ mm/s erreicht werden, indem gleichzeitig die Pulsenergie erhöht wurde und das Bündeldesign auf eine Anzahl von 49 Wellenleiter erhöht wurde. Ein minimaler Krümmungsradius von 100 mm zeigte sich auch in nachfolgenden Experimenten als vorteilhaft.

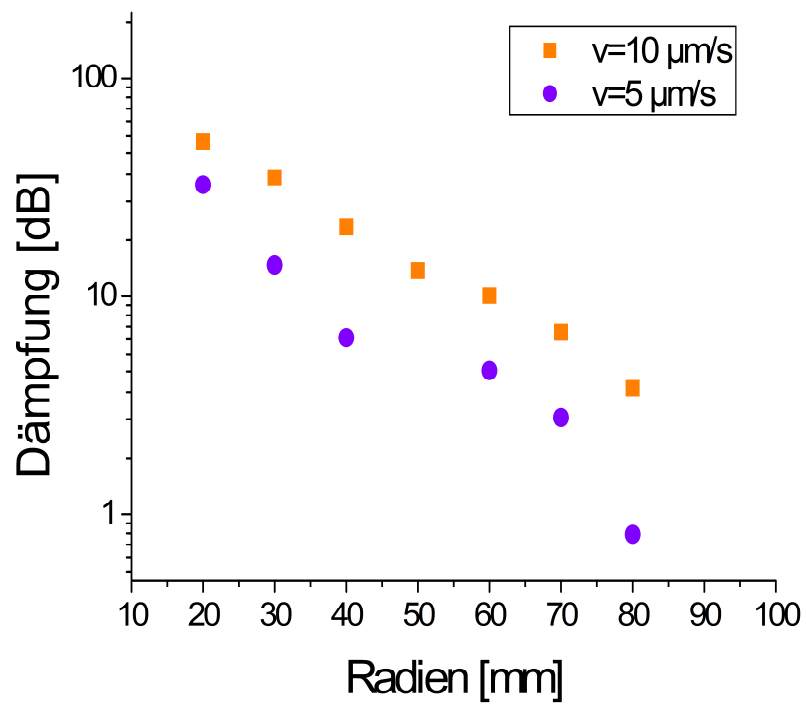


Abbildung 5.2 Dämpfung von gekrümmten Wellenleitern in Abhängigkeit von Kurvenradius und Schreibgeschwindigkeit. Für alle Wellenleiterbündel ist der Kreisbogen gleich groß, so dass die Gesamtlänge der Wellenleiterbündel identisch ist.

5.2 Integriertes Interferometer für die photoakustische Sensorik

Optische Messsysteme, die mit faseroptischen Komponenten aufgebaut werden, können mit Hilfe von kompakten integrierten Komponenten baulich erheblich verkleinert werden. Beispielsweise können Glasfasern und faseroptische Koppler durch fs-Laser-eingebrachte Wellenleiter-Strukturen mit gleicher Funktion ersetzt und auf einen einzelnen Glas-Chip zusammengefasst werden. Die Vorteile sind eine Kostenersparnis, durch eigene Herstellung mehrerer Komponenten in einem Arbeitsschritt, und die kompakte Baugröße.

Im Rahmen einer spektroskopischen Anwendung zur Gaskdetektion [107] wurden die optischen Komponenten eines Messsystems mit Hilfe eines in folgendem Kapitel vorgestellten Wellenleiter-Kopplers in einen Quarzglas-Chip integriert. Im Zuge dieser Arbeit wurden das Chip-Design und die Herstellung eines optischen Interferometers aus Koppler-Elementen realisiert.

5.2.1 Hintergrund: Optisches Auslesen einer photoakustischen Stimmgabel

Bei dem Gas-Messsystem handelt es sich um eine Anwendung der photoakustischen Spektroskopie mit der sogenannten QEPAS-Methode („Quartz-Enhanced Photoacoustic Spectroscopy“) [108]. Hierbei wird die Resonanzeigenschaft einer Quarz-Stimmgabel ausgenutzt, um diese in Abhängigkeit der vorhandenen Gaskonzentration mit Hilfe eines Lasers photoakustisch anzuregen. Der Laser ist hierbei zum einen in seiner Wellenlänge auf eine der Absorptionslinien des Gases abgestimmt und zum anderen in einer Frequenz moduliert, die der Resonanzfrequenz der Stimmgabel entspricht. Zwischen den Beinchen der Stimmgabel wird das Licht des Lasers fokussiert.

Wenn das Gas vorliegt, wird im Fokus des Lasers die elektromagnetische (optische) Strahlung in eine akustische Welle umgewandelt, daher der Name Photoakustik. Die sich zwischen den Beinchen der Stimmgabel ausbreitende Schallwelle regt nun die fundamentale, symmetrische Schwingung der Stimmgabel an [107,108]. Je höher die Gaskonzentration ist, desto stärker wird die elektromagnetische Energie der Laserstrahlung in kinetische Energie der Stimmgabelbewegung umgewandelt [107].

Die Intensität der mechanischen Bewegung der Quarz-Stimmgabel kann nun relativ einfach über deren induzierte, piezoelektrische Spannung gemessen werden. Somit kann über die Intensität der elektrischen Spannung die Konzentration des vorliegenden Gases bestimmt werden.

Zum Erreichen niedriger Nachweisgrenzen eines Gases ist es außerdem wichtig, dass die verwendete Mikrostimmgabel einen hohen Gütefaktor (Q-Faktor) aufweist. Der Q-Faktor beschreibt das Resonanzsystem bezüglich dessen Verluste, je geringer diese sind, desto höher ist der Gütefaktor [109]. Dies bewirkt, dass durch eine Mikrostimmgabel mit einer hohen Güte, das photoakustische Signal beträchtlich verstärkt wird. Für eine weiterreichende Beschreibung dieser Methode sei an dieser Stelle auf die Literatur verwiesen [91,92].

Im Zuge dieser Arbeit wurde ein neuartiger, spezieller QUEPAS-Chip entwickelt und hergestellt, der ein optisches Auslesen der mechanischen Bewegung der Stimmgabelbeinchen ermöglicht. Hierbei wird die Schwingung der Stimmgabel anstelle der elektrischen Messung interferometrisch gemessen [107].

5.2.2 Integration in einen Quarzglas-Chip

Das Konzept für einen Sensor-Chip besteht darin, gleichzeitig eine Mikro-Stimmgabel und ein miniaturisiertes Interferometer in Form von Wellenleitern und eines 2x2-Kopplers in Quarzglas zu integrieren. Für das Interferometer übernimmt der Koppler die Aufgabe der Strahlaufteilung und Zusammenführung nach erfolgter Reflexion. Der bewegliche Spiegel wird durch die schwingende Oberfläche eines der Stimmgabel-Beinchen repräsentiert. Der starre Spiegel wird am Ende des unteren Wellenleiter-Bündels von der seitlichen Glasoberfläche des Chips gebildet (Abbildung 5.3). Die Integration des Kopplers erfolgte im Zuge dieser Arbeit. Das Einbringen der Mikro-Stimmgabel wurde in [107] durchgeführt.

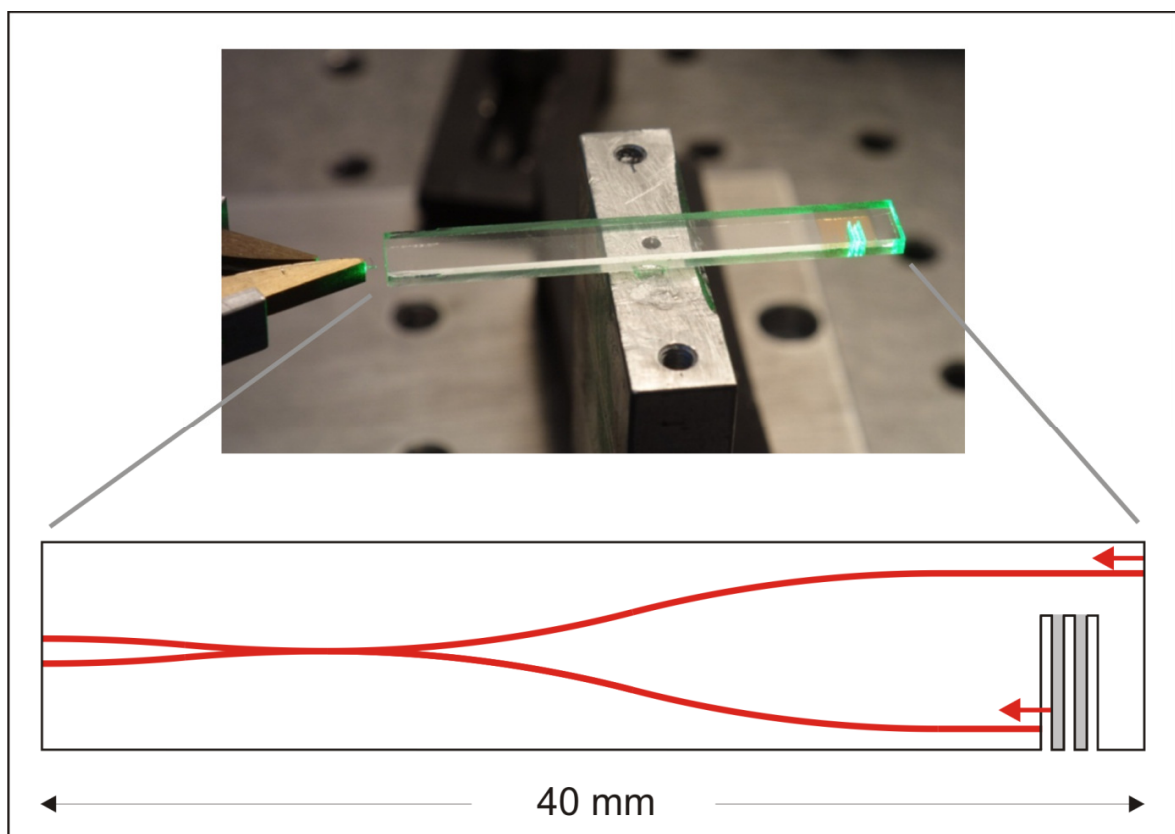


Abbildung 5.3 Skizze eines in Quarzglas-Chips mit integriertem photoakustischem Sensor. Der Sensor besteht aus einer eingesägten Mikrostimmgabel (grau) und einem integrierten optischen 2x2-Koppler. Die Länge des Chips wird maßgeblich durch die notwendigen Abstände der Wellenleiter der Eingangskanäle bzw. Interferometer-Arme der Gegenseite und den Mindestwerten für die Krümmungsradien der Wellenleiter bestimmt.

Für die Herstellung der Wellenleiterstrukturen wurde die in Kapitel 4.1.3 (Typ I-Wellenleiterbündel) vorgestellte Technik eingesetzt. Die Wellenleiter und Koppler wurden mit den in Tabelle 5.1 bis 5.3 verwendeten Parametern hergestellt:

Parameter-Typ	Numerischer Wert
Pulsenergie (Ti:Saphir-Laser)	156 nJ
Schreibgeschwindigkeit	0,4 mm/s
Schreibtiefe (unterhalb der Oberfläche)	250 μm
Anzahl der Schreiddurchgänge des Bündels	7

Tabelle 5.1 Herstellungsparameter der Wellenleiter und Koppler

Parameter-Typ	Numerischer Wert
Bogenradius	154 mm
Bogenwinkel	5,1°
Kanalabstand	2,45 mm

Tabelle 5.2 Geometrische-Parameter des Kopplers linke Seite (Seite an der die Glasfasern angekoppelt sind)

Parameter-Typ	Numerischer Wert
Bogenradius	144 mm
Bogenwinkel	1,7°
Kanalabstand	0,25 mm

Tabelle 5.3 Geometrische-Parameter des Kopplers rechte Seite (Stimmgabel-Seite)

Durch die in den Quarzglas-Chip (*Suprasil 1; Heraeus Quarzglas GmbH & Co. KG*) eingesägten Stimmgabeln betrug der Abstand zwischen den Wellenleiterbündel auf der reflektierenden Seite des Chips 2,45 mm. Auf der Faser-Ankoppelseite betrug der Abstand 250 μm . Der Chip musste in Abhängigkeit von diesen Abständen und der Bogenradien (Tabelle 5.2, Tabelle 5.3) durch Berechnung anhand der Formel (5.2) eine Länge von 36 mm aufweisen. Hinzu kommt ein gerader Wellenleiter-Abschnitt von 4 mm des unteren Interferometerarms zur Verbindung zur Seitenfläche unterhalb der Stimmgabel. Die Gesamtlänge betrug somit 40 mm (Abbildung 5.3).

Durch den entwickelten QEPAS-Sensor ist es möglich Methan-Konzentrationen in Stickstoff zu analysieren [107][106][106][106][106][106]. Die Nachweisgrenze liegt bei $D_{lim} = 178 \text{ ppm}$ (ermittelt für die einfache Standardabweichung). Detaillierte Ergebnisse finden sich in [107]. Ein Grund für die relativ hohe Nachweisgrenze lag unter anderem an den fertigungstechnischen Herausforderungen bezüglich der Sägeschnitte der Stimmgabel. Durch Optimierung der Stimmgabelgeometrie kann möglicherweise die Kopplung der beiden Stimmgabelbeinchen zur Erhöhung des Q-Faktors deutlich verbessert werden. Hierdurch wird eine mögliche Nachweisgrenze im Bereich von wenigen ppm erwartet [107].

5.3 Optische Dünnglas-Siegel

Im Zuge der Anwendung „Optische Dünnglas-Siegel“ wurde ein Manipulationserkennungs-System mit Hilfe optischer Siegel entwickelt, um eine missbräuchliche Beeinflussung von Kommunikationselektronik zu überwachen. Die Siegel bestehen aus ultradünnen Glasfolien, in die Wellenleiter und Bragg-Gitter-Signaturen eingebracht wurden. Die Siegel wurden mit optischen Glasfasern verbunden, um ein externes Auslesen der Siegel zu ermöglichen. Verschiedene Angriffsszenarien wurden ebenfalls durchgeführt und untersucht, wodurch das optische Siegel für die Anwendung optimiert wurde.

5.3.1 Hintergrund

Prinzipiell werden optische Siegel dafür genutzt, um einen unerlaubten Zugriff auf geschützte Bereiche zu detektieren oder um eine unerwünschte Manipulation an sicherheitsrelevanten Objekten zu erkennen. Um Ereignisse solcher Art festzustellen, müssen die Siegel regelmäßig auf ihre Unversehrtheit überprüft werden. An einem Siegel muss ein Prüfverfahren durchgeführt werden, welches den Status des Siegels, als auch dessen Befestigung am Objekt, berücksichtigt. Um zu vermeiden, dass eine Kopie oder das Original Siegel abgelöst und erneut aufgebracht wird, werden Siegel mit einem individuellen Muster oder einer Signatur versehen. Der Status des Siegels kann dann mit Hilfe eines Auslesesystems, entsprechend der Art des Siegels, bewertet werden. Johnson [110] unterscheidet generell bei Siegeln zwischen aktiven und passiven Siegeln. Typische passive Siegel sind Metall- und Plastikstreifen mit einer speziellen Prägung oder selbstklebende Etiketten. Diese Siegel können theoretisch nicht geöffnet oder abgelöst werden, ohne eine offensichtliche Beschädigung davon zu tragen. Aktive Siegel sind z.B. elektronische Siegel, die jede Art von Manipulation kontinuierlich überwachen. Identifizierung mit Hilfe elektromagnetischer Radiowellen (RFID) kann sowohl in aktiven als auch passiven Siegeln genutzt werden. Die Vorteile von RFID-Systemen sind kontaktloses Auslesen, Datenspeicherung und Fernsteuerung [111].

Faseroptische Siegel (ohne optischem Dünnglas) senden periodisch oder in zufälliger Folge Lichtpulse entlang eines Faserbündels aus, um die Durchgängigkeit der Glasfaser zu prüfen. Optische Technologien wie Hologramme, optisch veränderliche Tinten (OVI) oder UV-Farben und Drucke sind weitverbreitet und werden für die Sicherheit und Produktauthentifizierung verwendet. Da jedoch die Produktionsmaschinen und -werkzeuge für Hologramme kommerziell verfügbar sind, ist der Aufwand Fälschungen zu erzeugen relativ gering. Dieses Problem kann umgangen werden, indem maschinenlesbare Hologramme verwendet werden.

Aggarwal et. al. [112] haben eine Methode vorgestellt, in der integrierte unsichtbare Kodierungsmerkmale in Form von Moiré-Effekten in Sicherheitshologrammen verwendet werden. Um das Sicherheits-Hologramm dekodieren zu können wird ein kodiertes Schlüssel-Hologramm benötigt.

Alvine et al. [113] erzeugten mit einer anderen Technik Dünnschichten, die optisch resonante Nanostrukturen enthalten und nicht durch sichtbare bildgebende Technologien produziert werden können. Diese Schichten können derart angepasst werden, dass resonante Merkmale im gesamten sichtbaren Spektrum sowie im nahen Infra-

rotbereich und darüber hinaus erzeugt werden können. Die Schichten können so entworfen werden, dass diese empfindlich gegenüber polarisiertem Licht sind, das von der Oberfläche reflektiert wird.

Eine weitaus einfachere Möglichkeit besteht darin, eine diffus reflektierende Oberfläche einer Verpackung oder eines Etiketts selbst zu verwenden, welche ein Zufallsmuster erzeugt. Dieses kann durch eine kohärente Lichtquelle identifiziert werden. Ähnliche Techniken zur Analyse von Speckle-Mustern können mit Zufallsmustern von gesprühter UV-Tinte realisiert werden [114].

Heutige optische Siegel in Kombination mit optischen Auswertesystemen sind sehr gut in der Lage, den originalen Zustand, Manipulationen oder das Ersetzen des Siegels durch eine Kopie zu erkennen. In der Praxis jedoch verhindern häufig Einschränkungen wie unzureichende Zugänglichkeit, Gewicht und Größe des Auslesesystems oder der technologische Aufwand die kommerzielle Anwendbarkeit.

Im Rahmen dieser Arbeit wurde gezeigt, dass durch fs-Lasertechnik sowohl Wellenleiter als auch Bragg-Gitter in das Dünnglas *AF32* eingebracht werden können (Kapitel 4.2.1). Auf diese Weise wurden dem Material erstmals neue Funktionen wie sensorische Eigenschaften hinzugefügt, die es ermöglichen neue Anwendungsgebiete zu erschließen. Eine solche Anwendung ist der Einsatz von funktionalisierten *AF32*-Ultradünnglasfolien als optische Siegel. Hierbei wurde in die Glasfolien eine optische Signatur aus Sensorelementen mittels Femtosekunden-Laserpulsen eingebracht, die mit einem externen faseroptischen Auslesesystem ausgewertet wird. Der Hintergrund dieser Anwendung ist eine Satelliten-Anwendung, bei der die Kommunikationselektronik eines Satelliten vor einer Manipulation geschützt werden soll, da eine fremde Beeinflussung eines solchen Systems ein hohes Sicherheitsrisiko darstellen würde. Aus diesem Grund muss vor jedem Raketenstart, der einen Satelliten ins All bringt, ein Sicherheits-Check auf möglicherweise erfolgte Manipulationen durchgeführt werden. Da die sicherheitsrelevante Elektronik tief im Satelliten verbaut ist, wäre es ein zu großer Aufwand und unzweckmäßig den Satelliten vor einer Sicherheitsüberprüfung zu öffnen oder auseinander zu bauen. Die fasergekoppelten optischen Siegel, die hier vorgestellt werden, ermöglichen eine Statusüberprüfung durch Anschließen einer optischen Faser über eine leicht zugängliche Schnittstelle an der Außenseite des Satelliten. Hierbei ist sowohl eine stichprobenartige Fernüberwachung als auch ein permanentes Monitoring möglich.

5.3.2 Wellenleiter und Bragg-Gitter in ultradünnem Glas

Für das Erzeugen von Wellenleitern wurde das in Kapitel 4.1.3 beschriebene Verfahren zur Erzeugung von Wellenleiterbündel des Typs I verwendet. Hierbei wurde das Verfahren für das in dieser Anwendung verwendete Ultradünnglas *AF32* (*Schott AG*) angepasst.

Der Laser wurde mit einem 40 \times -, 0,6-NA-Mikroskopobjektiv in einer Tiefe von 60 μm zur Substrat-Oberfläche fokussiert. Dies erfolgte, um die bestrahlte Fläche an der Substrat-Oberfläche zu vergrößern und dadurch die geringe Schreiftiefe ohne Zerstörungen an der Oberfläche zu ermöglichen. Die verwendeten Laserpulse hatten eine Energie von $E = 140 \text{ nJ}$. Die Schreibgeschwindigkeit erfolgte mit $v = 1 \text{ mm/s}$. Die Wellenleiterbündel bestehen aus 48 Schreibdurchgängen mit einem zusätzlichen

unbearbeiteten zentralen Schreibdurchgang. Im Zentrum eines Bündels werden zwei Bragg-Gitter dritter Ordnung eingebracht. Die verwendete Pulsenergie für die Bragg-Gitter betrug $E = 1,5 \mu\text{J}$.

Das Design der in das Substrat eingebrachten Wellenleiterstrukturen entspricht einem Y-Koppler und wird im folgenden Kapitel detailliert erläutert.

5.3.3 Optisches Design der Siegel und der Signatur

Die Dimension des Siegels misst $50 \text{ mm} \times 50 \text{ mm} \times 0,1 \text{ mm}$. Unter Verwendung von Femtosekunden-Laserpuls, $50 \mu\text{m}$ unter der Oberfläche und innerhalb des Ultradünnglas-Siegels, wurden optische Wellenleiterstrukturen und Bragg-Gitter-Sensoren erzeugt. Hierbei wurde folgendes Design realisiert: Ein gerader Wellenleiter, der am Rand der Probe beginnt, wird in zwei symmetrische Äste aufgeteilt. In jedem Ast sind jeweils zwei Bragg-Gitter hintereinander eingebracht (Abbildung 5.4). Die Länge der insgesamt vier Gitter beträgt jeweils 18 mm und jedes Bragg-Gitter hat eine unterschiedliche Bragg-Wellenlänge. Das Licht einer spektral breitbandigen Lichtquelle wird Ende-zu-Ende („butt-end“), also mit der Stirnfläche des Glasfaserendes an das Wellenleiterende der Eintrittsfacette, angekoppelt. Hierzu wird das 90° -gebrochene Ende der optischen Faser der Lichtquelle an die Endfacette des Siegels an die Eintrittsstelle des Wellenleiters gekoppelt und angeklebt. Die Fixierung der Glasfaser erfolgt mit UV-Licht-aushärtenden optischen Klebern. Außerdem wurde ein Faser-Bragg-Gitter (FBG) zur Detektion der Temperatur außerhalb des Siegels in die optische Faser eingefügt. Ein entsprechendes Reflexionsspektrum des optischen Siegels und des FBG ist in Abbildung 5.5 dargestellt.

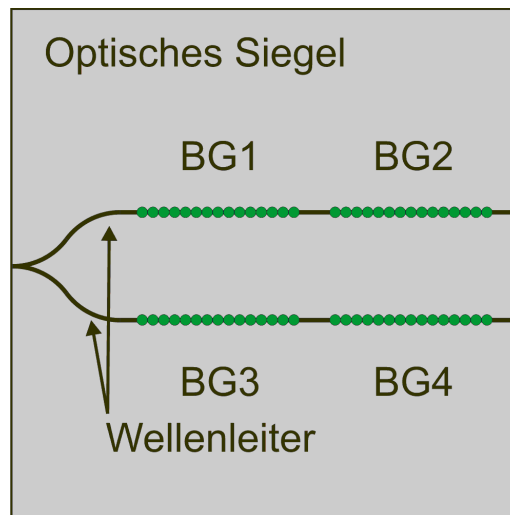


Abbildung 5.4 Layout eines optischen Siegels mit in Wellenleiter integrierten sensorischen Bragg-Gitter-Strukturen (BG1-4). Beide, Wellenleiter und Bragg-Gitter, wurden mit Femtosekunden-Laserpuls in einer Tiefe von $50 \mu\text{m}$ unter der Oberfläche eines $100\text{-}\mu\text{m}$ -dicken Glas-Substrats (AF32) eingebracht.

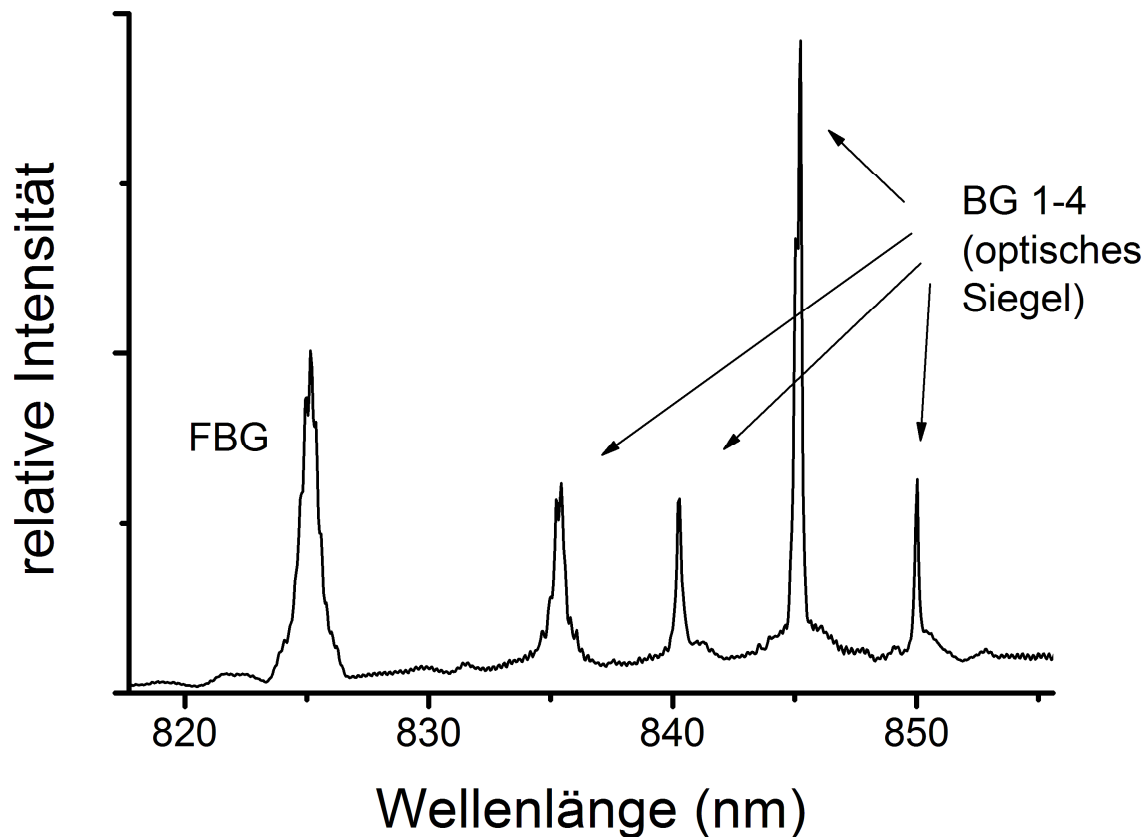


Abbildung 5.5 Die Signatur der optischen Siegel wird durch das zurückreflektierte Spektrum von vier Bragg-Gittern charakterisiert (BG 1-4). Zusätzlich wurde ein Faser-Bragg-Gitter (FBG) eingefügt, welches mit dem optischen Siegel verbunden ist. Das FBG dient zur Kompensation von thermischen Einflüssen auf die Bragg-Gitter innerhalb des Siegels in Verbindung mit einer hinterlegten Datenbank.

5.3.4 Optisches Auslesesystem für optische Siegel

Für das Auslesen eines optischen Siegels wird dieses faseroptisch mit dem Koppler eines Interrogators (Kapitel 3.5.6) verbunden (Abbildung 5.6).

Die Lichtquelle ist eine fasergekoppelte, spektral breitbandige Superlumineszenzdiode (SLED) mit einer Peak-Wellenlänge von $\lambda = 840 \text{ nm}$ und einer spektralen Breite von $\Delta\lambda = 50 \text{ nm}$ (FWHM) bei einer optischen Leistung von $P = 2 \text{ mW}$. Die verwendete Glasfaser ist polarisationserhaltend und für die entsprechende Wellenlänge ausgewählt, wobei die FC/APC-Stecker zur langsamen optischen Achse ausgerichtet sind. Der verwendete 3-dB-Faserkoppler hat ein 2×1 -Design und ist wie alle verwendeten optischen Patchkabel und Fasern polarisationserhaltend. Das verwendete Gitter-Spektrometer misst eine spektrale Breite von $\Delta\lambda = 50 \text{ nm}$ und hat eine optische Auflösung von $A = 50 \text{ pm}$. Das System zur Auswertung der Signaturen des Siegels, ist eine separate Einheit, die über einen optischen Steckverbinder (FC/APC) mit optischen Fasern verbunden ist, die ihrerseits am optischen Siegel ankoppeln. Das breitbandige Licht der SLED wird zum optischen Siegel geführt und

teilweise an den Bragg-Gitter-Sensoren in der Ultradünnglas-Folie reflektiert. Die Antwort des Siegels zeigt ein charakteristisches spektrales Muster (Signatur). Das Reflexionssignal wird über den Koppler zum Spektrometer geleitet, so dass das Spektrum erfasst und mit Hilfe eines Computers ausgewertet kann.

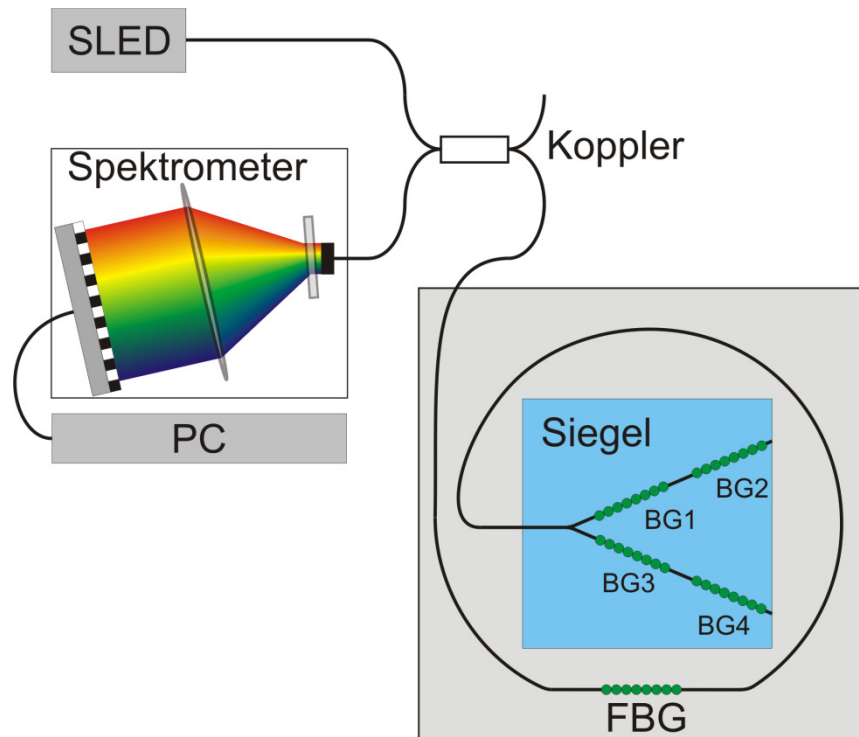


Abbildung 5.6 Skizze eines optischen Siegels, das an einen Interrogator (Kapitel 3.5.6) angeschlossen ist. Der Wellenleiter des optischen Siegels ist über eine Glasfaser mit einem optischen Interrogator-System verbunden. Die individuelle spektrale Signatur des Bragg-Gitters gelangt über Glasfaser und Koppler in das Spektrometer, welches die optische Signatur spektral vermisst und die Messdaten digital an einen PC ausgibt. Die optische Faser ist mehrmals um den Rahmen des Siegels gewickelt, um ein seitliches Eindringen zu erkennen.

5.3.5 Umweltbedingungen und Bewertung der Signatur

Die charakteristischen Merkmale der individuell reflektierte spektrale Signatur des Bragg-Gitters, der „optische Fingerabdruck“ des optischen Siegels, sind die spektrale Position, Amplitude und Linienform. Diese sind zusätzlich individuell abhängig von der Deformation der Glasfolie, der Temperatur, der Polarisationsrichtung des eingekoppelten Lichts sowie der Justage der angebrachten optischen Faser (Tabelle 5.4). Diese zusätzlichen Umweltparameter können dazu verwendet werden, um die Individualität der Signatur weiter zu verfeinern und zu steigern, jedoch müssen diese Werte sehr präzise bestimmt werden. Hierfür wurden konsequent faseroptische Komponenten mit polarisationserhaltenden Eigenschaften verwendet. Dadurch wird eine Beeinflussung durch mechanische Biegungen oder Temperaturänderungen in der optischen Faser minimiert. Auch darf kein signifikanter örtlicher Temperaturgradient zwischen dem FBG und dem optischen Siegel vorliegen, da ansonsten eine

falsche Temperatur für das optische Siegel und den darin befindlichen Sensoren angenommen wird. Um dies zu erreichen, wurde das FBG in einem Abstand von wenigen Zentimetern zum optischen Siegel positioniert. Da sich die Dehnung als auch die Spannung eines Siegels temperaturabhängig ändert, wird eine Datenbank angelegt, in der mehrere Spektren mit ihren dazugehörigen Temperaturen gespeichert werden.

Polarisation der Lichtquelle	Deformation des Dünnglases	Temperatur
Optische Signatur		
Peak-Wellenlänge	Amplitude	Linienform

Tabelle 5.4 Die Signatur des optischen Siegels hängt empfindlich vom Polarisationszustand der Lichtquelle, von der Deformation des Dünnglases sowie der Umgebungstemperatur des optischen Siegels ab.

Um das Siegel im aktuellen Zustand zu überprüfen, wird entsprechend der aktuellen Temperatur das passende Spektrum aus der Datenbank geladen und mit dem aktuellen Spektrum verglichen. Die Beurteilung erfolgt mit Hilfe einer Softwareroutine, welche das Original mit der reproduzierten Messung vergleicht und überprüft, ob die Abweichungen innerhalb der Toleranzen liegen. Während die Peak-Position (Wellenlänge) und Amplitude (Intensität) einfach gemessen werden können, ist die Beurteilung der Signalform anspruchsvoller und erfolgt anhand folgenden Vorgehens: Jede Signalform im Bereich der Peak-Werte, also im Bereich der Bragg-Gitter-Signale, einer aktuellen Messung wird mit der entsprechenden Signalform der Originalmessung verglichen. Hierfür werden alle Peak-Werte normiert und voneinander subtrahiert.

Für die Beurteilung der Residuen wird ein Formparameter F eingeführt als:

$$F = \int_{\lambda_0}^{\lambda_1} |S_O(\lambda) - S_N(\lambda)| d\lambda \quad (5.2)$$

Hierbei ist $S_O(\lambda)$ das normierte Original - Spektrum des Signals und $S_N(\lambda)$ das normierte Spektrum der aktuellen Messung.

Zur Illustration wurde die Signalform eines optischen Siegels ohne Deformation (original) mit Spektren desselben Siegels mit einer Deformation verglichen. Um die Deformation zu erzeugen, wurde das Siegel mit einer Masse von 200 g belastet. Die Messung belastet/unbelastet wurde zweimal wiederholt (Abbildung 5.7).

Wie bereits bei Betrachtung der Spektren deutlich wird, sehen die Spektren der unbelasteten Probe (A) und der Wiederholungsmessung (A2) sehr ähnlich aus. Hierdurch ist der Formparameter F sehr klein. Das gleiche Ergebnis tritt bei dem Vergleich der belasteten Siegel B und B2 auf. Der Parameter F liegt deutlich um den Faktor 4-10 höher, wenn das ungeladene und geladene Siegel mit einander verglichen werden. Hierbei weist der Signalform-Parameter deutlich darauf hin, dass sich das

5.3 Optische Dünnglas-Siegel

Siegel nicht mehr im Original-Zustand befindet, da dieser Zustand nicht reproduziert werden konnte, sondern sich durch die Deformation geändert hat.

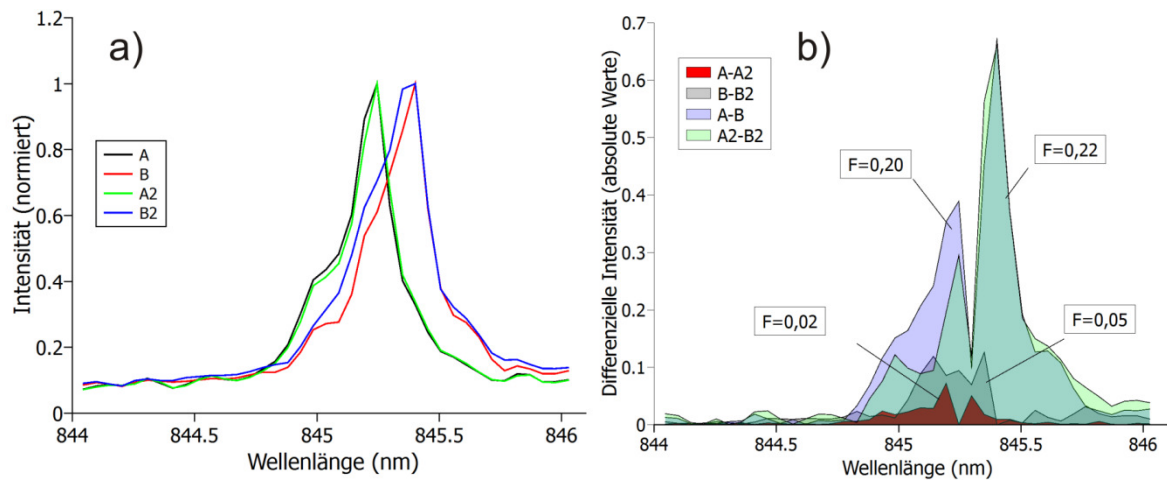


Abbildung 5.7 Vergleich der Linienformen: a) Original - Spektren (A,B bzw. A2, B2) b) Spektren mit geringen Abweichungen (A, A2 oder B, B2) werden durch wesentliche kleinere Formparameter F dargestellt. Der Formvergleichsparameter stellt hierbei das Integral einer Kurven-Differenz dar.

5.3.6 Integration optischer Siegel auf einer Leiterplatte

Zur Identifikation eines Manipulationsversuchs bei einem elektronischen Chip ($30\text{ mm} \times 30\text{ mm} \times 5\text{ mm}$), einer sicherheitsrelevanten Anwendung, wurde ein optisch transparentes Siegel mit einer spektralen Signatur angefertigt und mit einer optischen Faser kontaktiert. Zunächst wurde ein Doppelrahmen aus Verbundmaterial (R4) auf die Leiterplatte geklebt, um den elektronischen Chip einzuschließen. Die mit dem Siegel verbundene Glasfaser wurde in den Spalt zwischen den beiden Rahmen gewickelt und darin verklebt. Das optische Siegel wurde im letzten Arbeitsschritt auf den Doppelrahmen gesetzt und mit Epoxid-Kleber (3M, Scotch-Weld 2216) sowohl mit dem Chip als auch mit dem Rahmen fest verbunden. Hierbei wurde das Dünnglas mit einem Gewicht von 200 g belastet, um eine individuelle Deformation in dem optischen Siegel zu erzeugen, die zu einer individuellen Signatur führt (Abbildung 5.8).

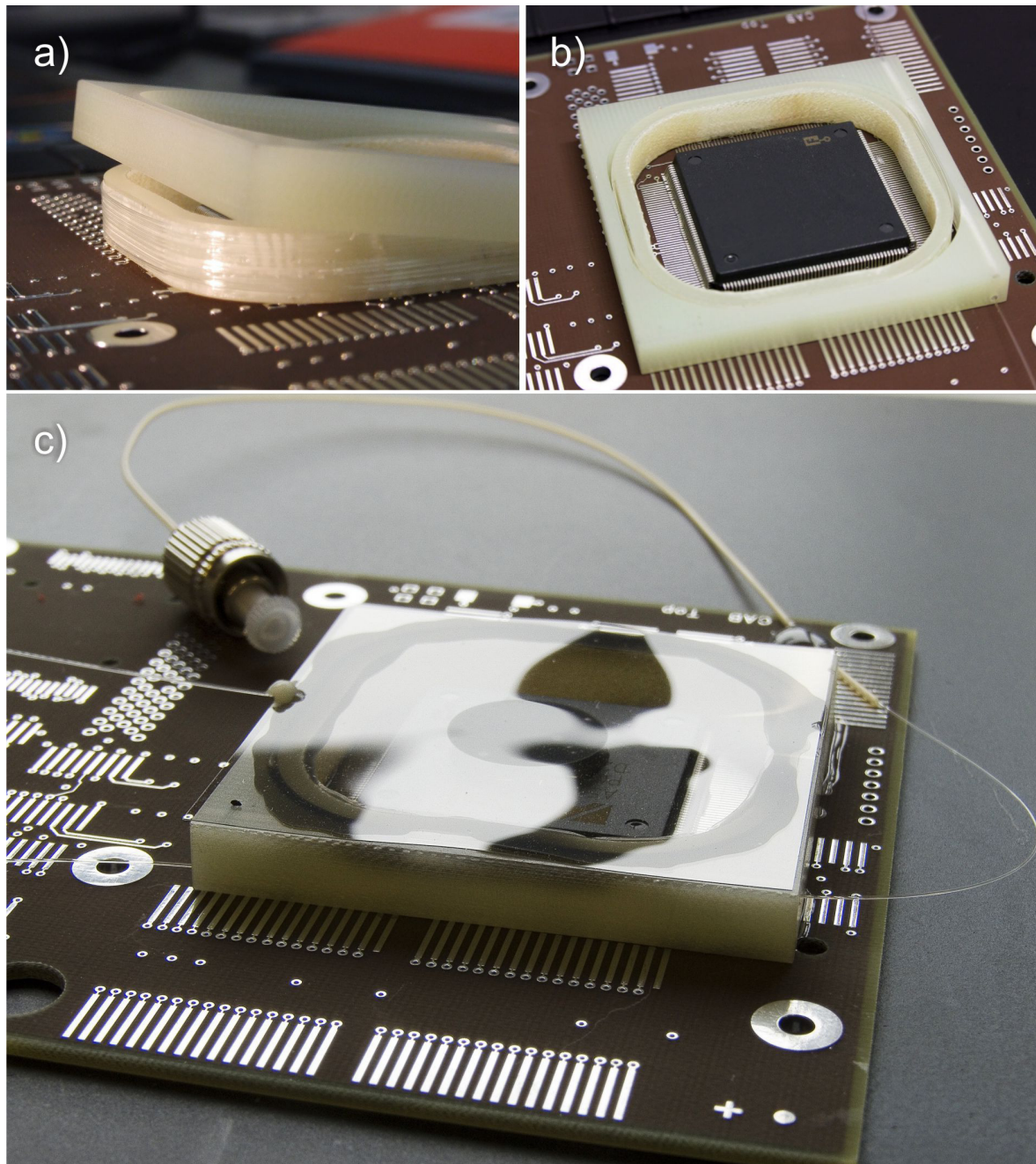


Abbildung 5.8 Versiegelung einer sicherheitsrelevanten Komponente auf einer Leiterplatte durch ein optisches Siegel: a) und b): Die elektronische Komponente wird von einem Doppelrahmen umgeben. Zwischen den Rahmen wird eine Glasfaser, die mit dem Siegel verbunden ist, mehrmals umwickelt, um somit einen Schutz vor seitlichem Eindringen durch eine Bohrung zu bewirken. c) Das optische Siegel wird auf der Oberseite des Doppelrahmens befestigt und ist sowohl mit dem Rahmen als auch mit der Oberseite der elektronischen Komponente durch eine Klebeverbindung befestigt.

5.3.7 Angriffsszenarien

In Tabelle 5.5 werden verschiedene Angriffsszenarien zur Manipulation eines optischen Siegels aufgeführt, diese werden im Folgenden unterschieden:

Der einfachste Fall eines Angriffs der elektronischen Komponenten ist es, die Glasbedeckung zu zerstören. Ein Bruch des Siegels ist hierbei sofort zu erkennen, da sich die optische Signatur drastisch ändert, beziehungsweise das Signal ganz verloren geht.

Auch ein vorsichtiges Entfernen des Siegels vom Rahmen und der Verbindung mit der Elektronikkomponente wäre nicht möglich, da das Dünnglas bei Krafteinwirkung sehr leicht zerbricht.

Das Abtrennen des Siegels gemeinsam mit dem Doppelrahmen ist ebenfalls nicht möglich, da das Siegel dann noch mit der elektronischen Komponente in der Mitte des Siegels durch eine Klebung verbunden ist und in diesem Fall ebenfalls zerbrechen würde.

Der Kleber, der verwendet wurde, ist stark haftend und hat eine hohe Temperaturstabilität (Spezifiziert bis $t = 177^\circ\text{C}$). Für ein thermisches Ablösen des Klebers, müssten die Siegelkomponenten hoch erhitzt werden. Dies hätte zur Folge, dass sich der Acryl-Kleber der Faser-Siegel-Verbindung zeitlich vor dem Epoxid-Kleber löst, da dieser für geringere Temperaturen (bis $t = 80^\circ\text{C}$) spezifiziert ist. Ein hierdurch verursachtes Ablösen der am Siegel angebrachten optischen Faser würde hierbei zum Signalverlust aller Bragg-Gitter (mit Ausnahme des FBGs) führen.

Angriffsszenario	Schutzmaßnahme	Auswirkung
Zerbrechen des optischen Siegels	Dünnglas mit Bragg-Gitter-Wellenleiter	Signalverlust oder -änderung
Herstellung einer Siegelkopie	Hoher technologischer Aufwand, um eine exakte Reproduktion einer individuellen Signatur des Bragg-Gitters herzustellen	Die Signatur einer Kopie unterscheidet sich vom Original (auch bei identischen Herstellungsparametern)
Seitliches Eindringen (durch den Rahmen)	Wicklung innerhalb eines (doppelten) Rahmens	Signalverlust nach dem Eindringen
Ablösen und erneutes Aufbringen des Siegels	Verbinden des optischen Siegels mit dem Rahmen und dem elektronischen Bauteil in deformiertem Zustand (unter mechanischer Spannung)	Signalverlust oder -änderung Das Dünnglas bricht leicht. Bei erfolgreichem Wiederaufbringen verursacht eine Änderung der Deformation (Spannung) eine Änderung der Signatur
Bohrung durch das Siegel	Mehrere Bragg-Gitter-Wellenleiter, die über die Dünnglasfläche verteilt sind	Signalverlust bei Rissen oder eine veränderte Signatur durch Veränderung der Spannung

Tabelle 5.5 Angriffsszenarien, entsprechende Schutzmaßnahmen und deren Auswirkung

Für einen unentdeckten Angriff müssten mehrere Probleme gleichzeitig gelöst werden: Die Faser müsste genau gleich justiert werden, außerdem müsste bei Manipulationen am Dünnglas eine Kenntnis über das beim Kleben aufliegende Gewicht und dessen genaue Auflageposition auf dem Siegel bekannt sein, andernfalls würde sich die Signatur ändern. Details zu diesen Szenarien werden im Folgenden aufgezeigt.

5.3.8 Bohr-Angriff und seitliches Eindringen

Ein Angriff mit dem Ziel einen unbemerkten Zugang zum elektronischen Chip zu erhalten, kann im Einbringen eines kleinen Bohrlochs bestehen. Die Sensitivität des optischen Siegels gegenüber einem Bohr-Angriff wurde experimentell untersucht. Hierbei wurde ein 5 mm durchmessendes Loch mit Hilfe eines Femtosekunden-Lasers in das optische Siegel eingebracht. Das Loch befand sich über den elektrischen Anschlüssen des elektronischen Bauteils und hat einen Abstand von ≥ 10 mm zu den Wellenleiterstrukturen des optischen Siegels. Das optische Design des Siegels hat sich hierbei vom Standarddesign darin unterschieden, dass nur ein Ast mit zwei seriell angeordneten Bragg-Gittern realisiert wurde. Daher wies die Original-Signatur dieses optischen Siegels nur ein Reflexionssignal von zwei Bragg-Gitter-Signalen auf (Abbildung 5.9).

Diese Signatur zeigte eine starke Änderung nach dem Bohr-Angriff. Durch die Fixierung des optischen Siegels sowohl am elektronischen Bauteil als auch am umgebenden Doppelrahmen wird das Siegel deformiert und steht unter Spannung. Als Folge des Einfügens eines Bohrlochs entstand ein länglicher Riss innerhalb des Siegels. Durch den Riss änderte sich gleichzeitig auch die Spannung und Deformation innerhalb des Dünnglases. Dies kann auch anhand der deutlich veränderten optischen Signatur erkannt werden. Ein Bragg-Gitter-Peak des Reflexionssignals ist nach der Bohrung nicht mehr zu sehen, da der Riss den Wellenleiter vor dem zweiten Bragg-Gitter unterbricht.

Der vordere Teil des Wellenleiters und das erste Bragg-Gitter werden vom Auswertesystem erfasst, zeigen jedoch eine zum ursprünglichen Signal unterschiedliche Signatur: Die Amplitude ist deutlich niedriger und die Signalform verändert.

Wie gezeigt wurde, ist ein unbemerkter Zugang durch Einbringen eines Bohrlochs nicht möglich. Jedoch könnte ein Bohrangriff auch von der Seite, durch den Rahmen hindurch erfolgen.

Für diesen Fall ist die optische Glasfaser in einem Doppelrahmen gewickelt. Die Faser ist zwischen einem äußeren Rahmen und einem inneren Rahmen so dicht gewickelt und verklebt, dass ein Angreifer bei einem Bohrversuch zwangsläufig einen Teil der Fasern durchtrennen müsste und somit einen kompletten Signalverlust verursachen würde (Abbildung 5.8).

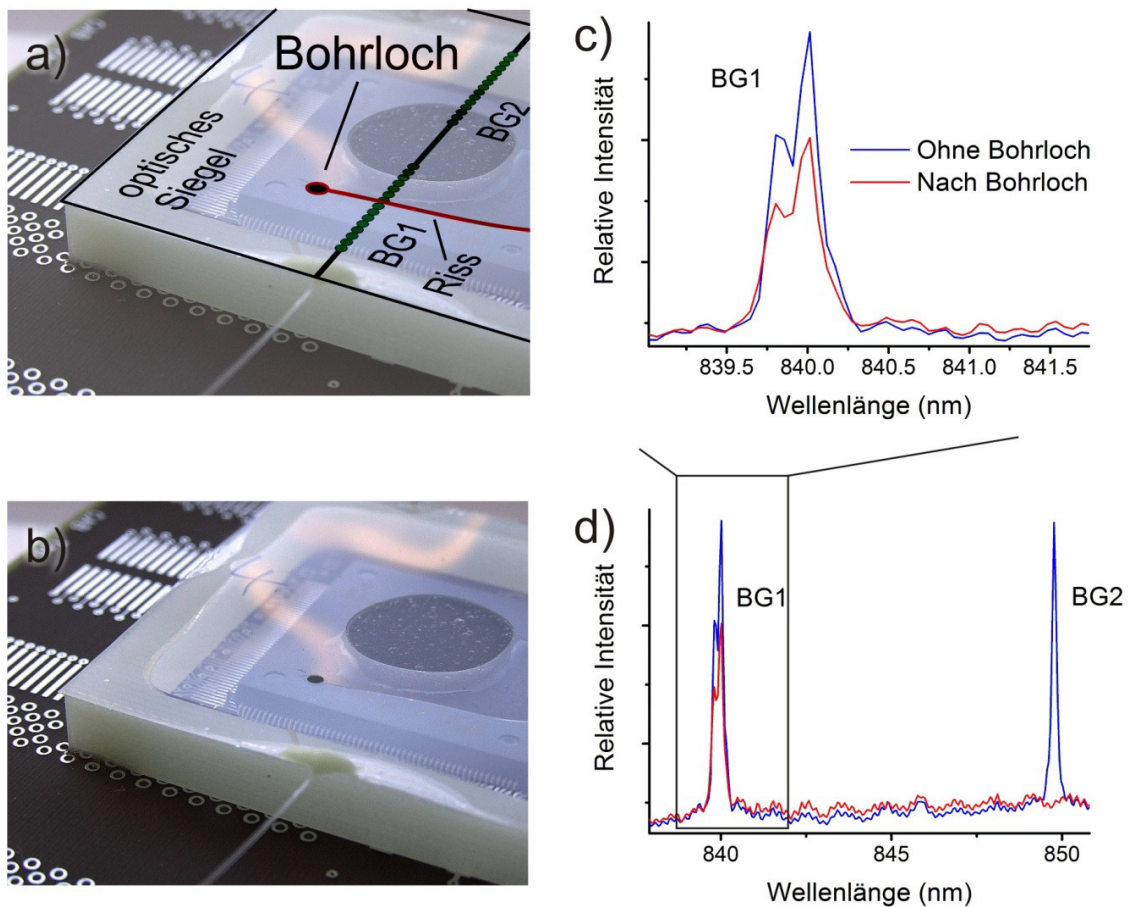


Abbildung 5.9 Experimentelle Durchführung eines Bohrangriffs: Ein Loch von 3 mm Durchmesser wurde vorsichtig in das optische Siegel eingebracht. Das Bohren erfolgte durch spiralförmige Ablation mit Hilfe des fs-Lasers. a) und b): Da das optische Siegel unter mechanischer Spannung stand, entstand durch das Bohrloch ein Riss. Dies machte sich durch eine sofortige starke Änderung der Signatur bemerkbar. c), d): Durch den Riss wurde der Wellenleiter innerhalb des BG1 unterbrochen und BG2 somit komplett abgetrennt, welches bei BG1 zu einer Abschwächung der Intensität (c) und bei BG2 zum Komplettverlust (d) des BG-Signals führte.

5.3.9 Austausch des Siegels

Es wurden drei optische Siegel mit identischen Prozessparametern hergestellt, um die Reproduzierbarkeit vergleichen zu können. An jeden in die Siegel integrierten Wellenleiter wurde am Rand des Dünnglases eine optische Faser angekoppelt und mit Klebstoff fixiert. Die Bragg-Signal-Spektren der reproduzierten Siegel zeigen signifikante Unterschiede in Ihren Amplituden und Signalformen (Abbildung 5.10). Die relative Position zwischen Glasfaser und integrierter Wellenleiterstruktur im Glassubstrat bestimmt sowohl das Kopplungsverhältnis der beiden Wellenleiter-Äste als auch die Amplitude und Linienform der Bragg-Gitter-Spektren.

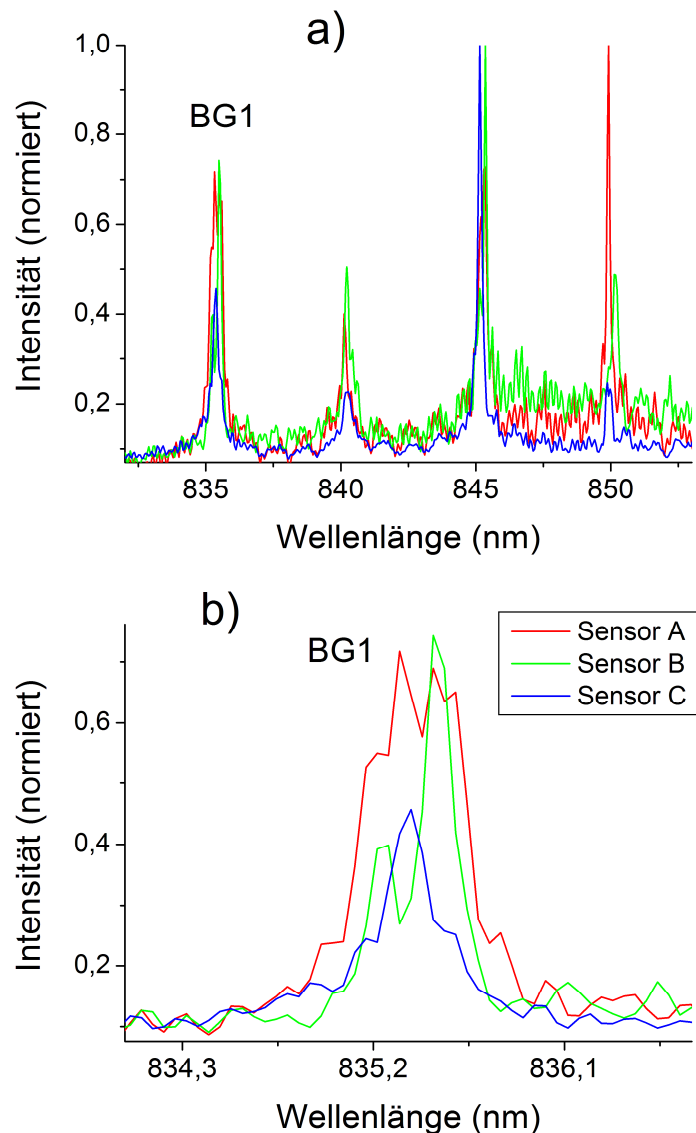


Abbildung 5.10 a) Spektren dreier optischer Siegel, die unter identischen Bedingungen hergestellt wurden. a) Bei einer hohen Auflösung der Wellenlänge erkennt man, dass sich die Signaturen der Bragg-Gitter deutlich unterscheiden.

Zur Verdeutlichung ist in Abbildung 5.11 die Änderung der Signalform dargestellt. Es sind Amplitude und Wellenlängenposition eines Bragg-Reflexions-Peaks in Abhängigkeit der lateralen Position der befestigten optischen Faser erkennbar. Beim Fixieren der optischen Faser in einer definierten Position zum Wellenleiter des Siegels entstehen geringe Positionsänderungen während des Aushärtens des Klebers durch Schrumpf. Trotz Optimierung des Klebeprozesses kann dieser Effekt nicht völlig vermieden werden und zeigt daher einen individuellen Einfluss auf die Signatur nach jedem Klebeprozess.

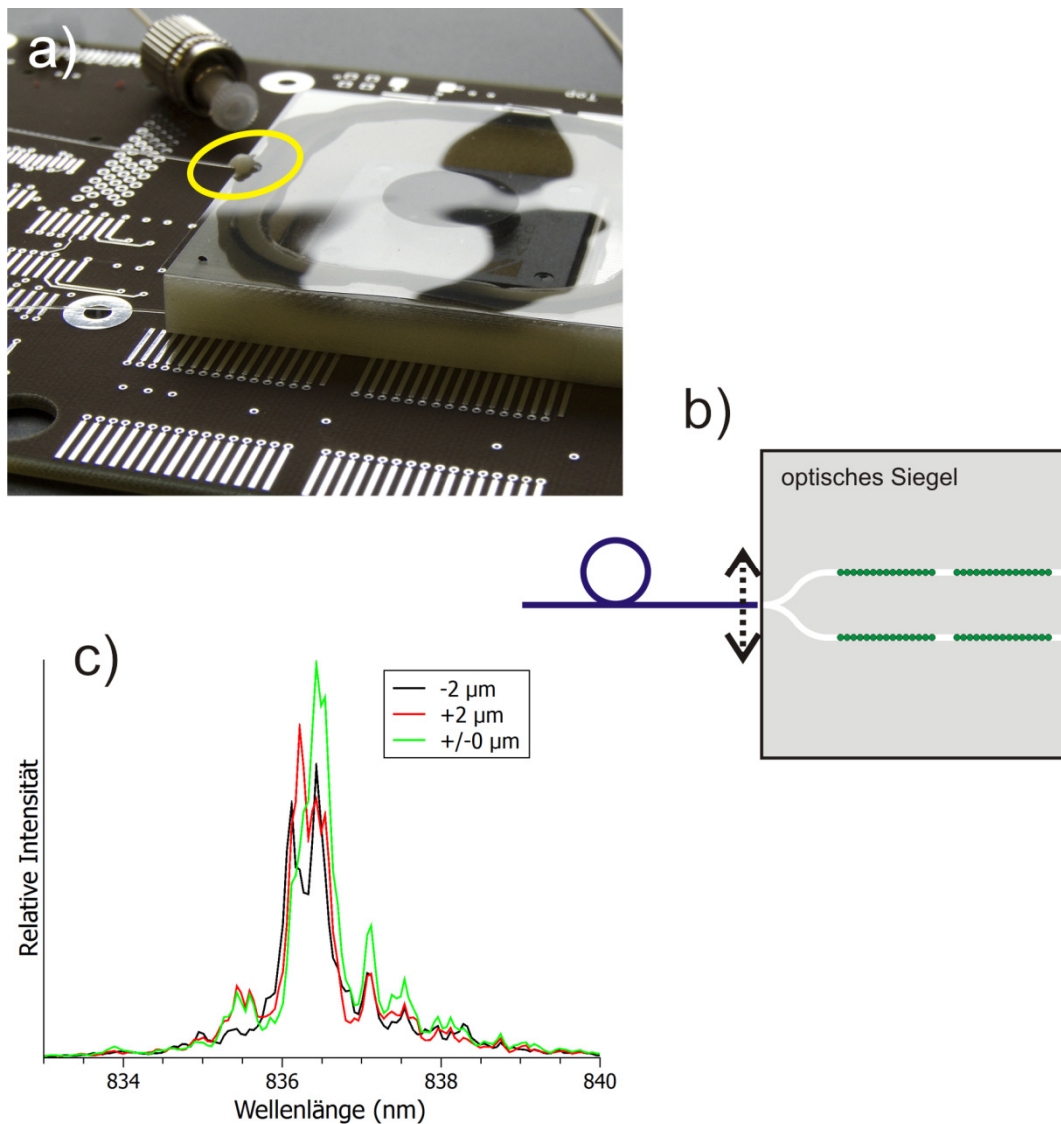


Abbildung 5.11 Geringfügige Änderungen der Position der verbundenen Faser in Bezug zur Richtung des Wellenleiters verursacht eine signifikante Änderung des Bragg-Gitter-Signals. Dieses zeigt eine Änderung bezüglich Amplitude und Linienform. Die Änderung der Ausgangsposition betrug zwei Mikrometer in beide Richtungen.

Die Herstellung einer Siegelkopie erfordert einen erheblichen technologischen Aufwand, da für die Herstellung sehr spezifische Kenntnisse über die komplexe Laser-Produktionsanlage und äußerst detaillierten Prozessparameter vorhanden sein müssen. Selbst beim Vorhandensein dieses Wissens, wäre die Herstellung einer Kopie eines optischen Siegels mit identischem optischem Spektrum unmöglich.

Auch kann dies weiter erschwert werden, in dem das Siegel in einer definierten Form auf den elektronischen Chip fixiert wird. Um dies zu demonstrieren, wurde der Einfluss der Deformation des optischen Siegels auf die optische Signatur getestet. Für dieses Experiment wurde ein optisches Siegel auf einen Rahmen gelegt und mit verschiedenen Gewichten belastet. Wie in Abbildung 5.12 ersichtlich, führt die Verbiegung zu einer Änderung des Bragg-Gitter-Signals. Die Signaländerungen der vier Bragg-Gitter sind nicht gleichförmig, da die Positionen der Bragg-Gitter innerhalb des

Siegels verteilt sind, und der mechanische Stress innerhalb der Glasfolie inhomogen ist. Während Bragg-Gitter 2, 3 und 4 eine signifikante Verschiebung der Wellenlängenposition zeigen, bleiben die Amplitude und Signalform des Bragg-Gitters 1 fast unverändert.

Die Signatur eines jeden Peaks (Wellenlängen-Position, Amplitude, Signalform) ist empfindlich und individuell abhängig von der Deformation des Siegels. Die Signale konnten bei einer Wiederherstellung einer Deformation, abgesehen von leichten Abweichungen, reproduziert werden, (Abbildung 5.13). Dies ist wichtig, um Fehlalarme zu vermeiden.

Ein unbemerkter Austausch des Original-Siegels bedingt, dass unter anderem die originale Verbiegung des Dünnglases exakt reproduziert werden muss. In Abbildung 5.13 ist zu erkennen, dass selbst bei identischer Deformation des Siegels leichte Unterschiede der Signatur zu erkennen sind. Außerdem wurde experimentell gezeigt, dass das Ablösen des Klebers nicht möglich ist, ohne das Dünnglas zu beschädigen. Daher ist auch ein unbemerkter Austausch des Original-Siegels nicht möglich.

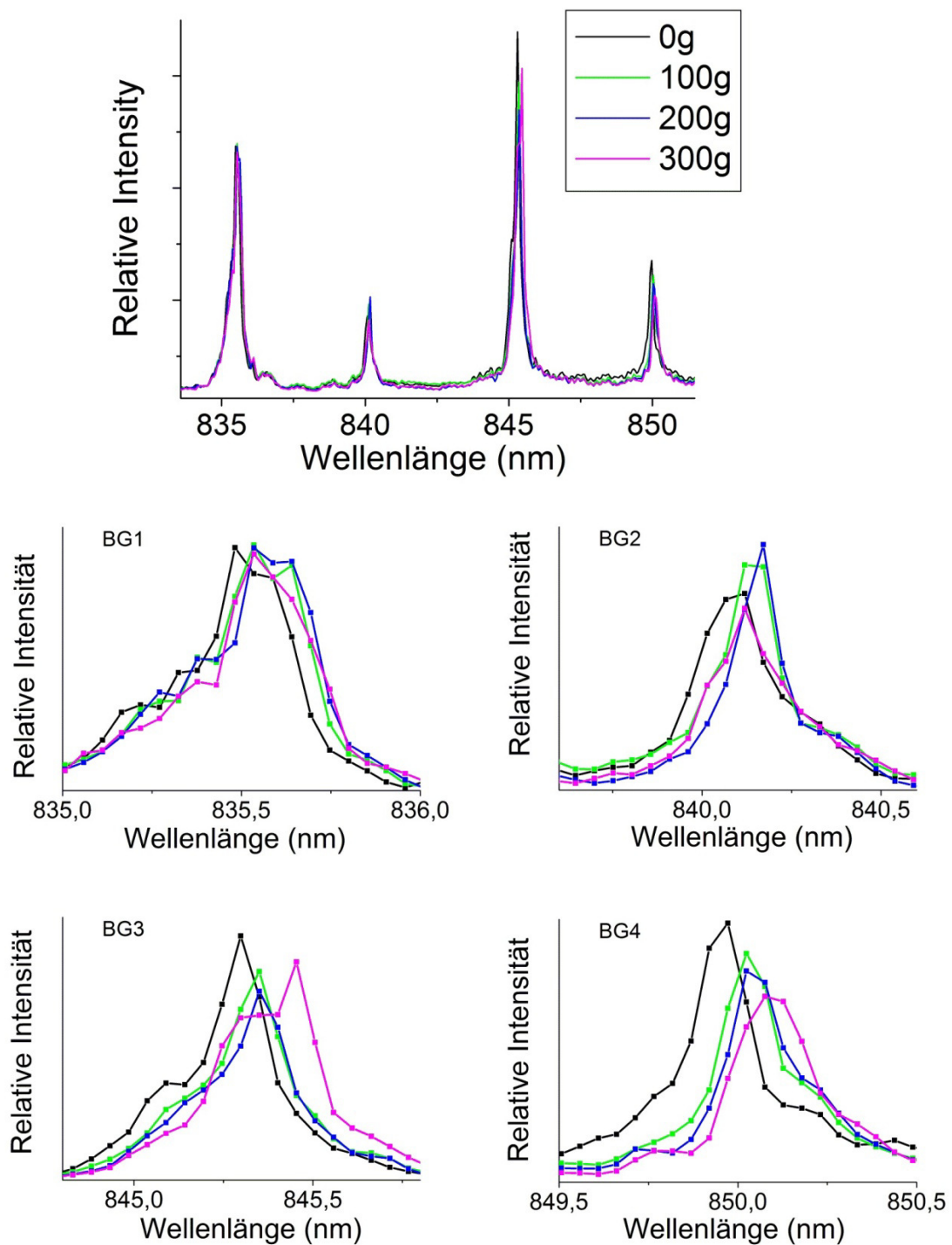


Abbildung 5.12 Änderung der Bragg-Signale des optischen Siegels durch Herbeiführung einer plastischen Deformation des optischen Siegels. Die Verformung des Dünnglases erfolgt durch das Aufbringen von unterschiedlichen Gewichten.

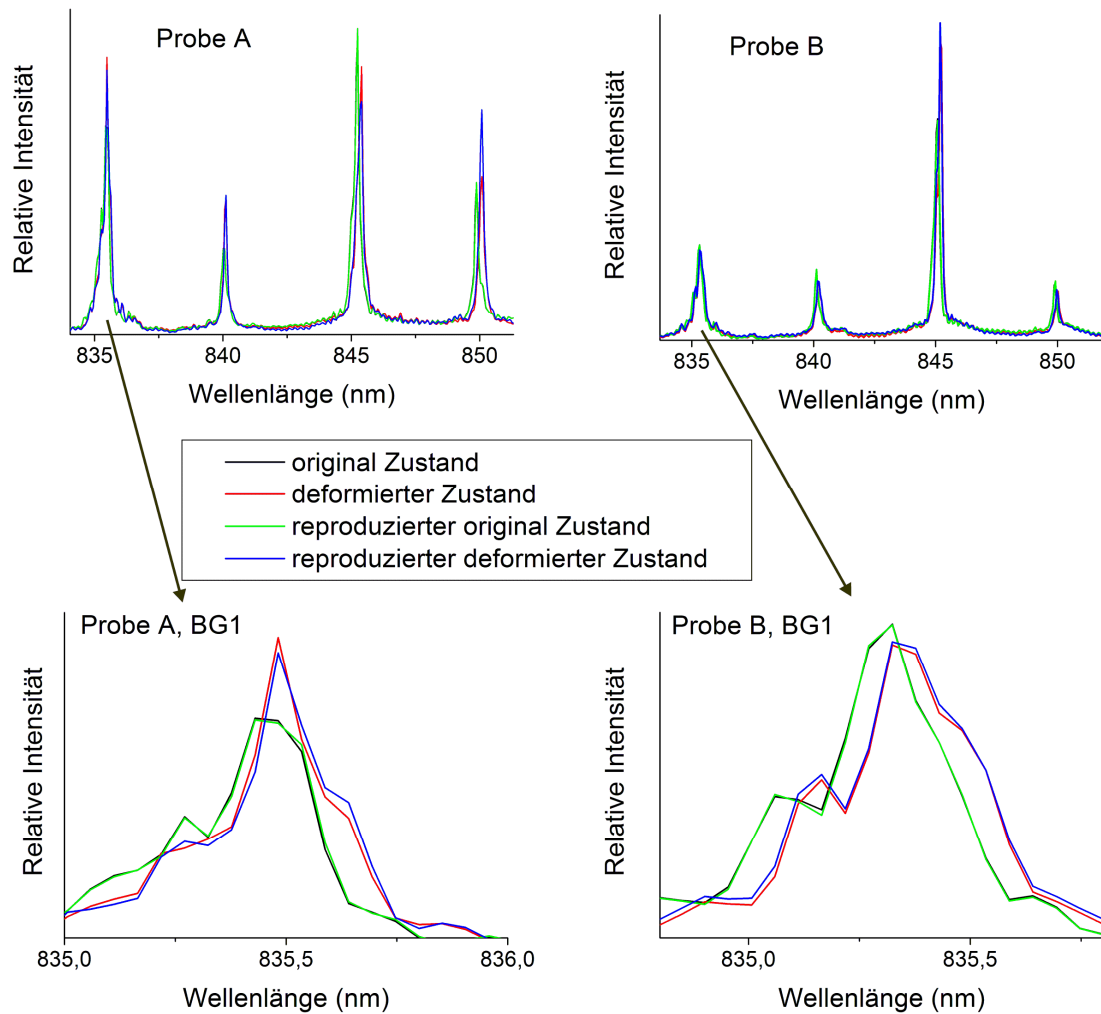


Abbildung 5.13 Reproduzierbarkeit einer Signaländerung durch Wiederherstellung einer Deformation.

5.3.10 Thermische Einflüsse auf das optische Siegel

Der Einfluss von Temperaturänderungen auf das optische Siegel kann dazu führen, dass sich die optische Signatur ändert, obwohl keine mechanische Manipulation vorgenommen wurde. Hierdurch kann ein thermisch ausgelöster Fehlalarm auftreten. Um dies zu unterbinden muss sowohl die aktuelle Temperatur bekannt sein als auch eine Datenbank hinterlegt werden, die Referenz-Signaturen für eine Anzahl spezifischer Temperaturbereiche bereit hält. Somit kann eine aktuell gemessene Signatur mit einer bestimmten Temperatur einer für diesen Temperaturbereich hinterlegten Referenz-Signatur zugeordnet werden. Zunächst muss dem optischen Siegel daher ein zusätzlicher Temperatursensor hinzugefügt werden.

Realisierung eines optischen Temperatursensors

Eine relativ einfache Umsetzung dieser Aufgabe kann durch das Hinzufügen eines externen Faser-Bragg-Gitters (FBG) zu dem optischen Siegel realisiert werden. Bei einem FBG handelt es sich um eine Einmoden-Faser, in die ein Bragg-Gitter (ebenfalls durch fs-Laserpulse) eingebracht wurde. Dieses FBG fügt der optischen Signatur des Siegels einen zusätzlichen BG-Peak hinzu, das vom selben optischen Interrogator ausgelesen wird.

Eine Temperaturänderung führt zu einer Wellenlängenverschiebung des FBG-Peaks, wodurch spezifische Wellenlängenpositionen des Peaks einer individuellen Temperatur zugeordnet werden können. Somit erfüllt das FBG den Zweck eines Thermometers.

Die Einmoden-Faser des FBG wird mit dem optischen Siegel verbunden und die Position des FBG-Temperatur-Sensors, der eine Länge von 3 mm aufweist, wird in wenigen Zentimetern Entfernung zu dem optischen Siegel positioniert.

Eliminierung von Polarisisationseffekten und Messaufbau

Für dieses Experiment war es sehr wichtig, den linearen Polarisationszustand des eintreffenden Lichts und dessen Winkel konstant zu halten, da die reflektiven Bragg-Signale bei der verwendeten Auflösung empfindlich von der Polarisierung des einstrahlenden Lichts abhängen. Wenn nicht-polarisationserhaltende Glasfasern verwendet werden, induziert eine thermische Änderung oder mechanischer Stress durch Biegung der Faser eine Änderung des Polarisationszustands (Polarisationsmoden-Dispersion, Kapitel 3.5.7). Dies kann dazu führen, dass der zu untersuchende thermische Effekt der spektralen Antwort der Gitter von den Polarisierungseffekten überdeckt beziehungsweise verfälscht wird. Um dies zu vermeiden, wurde der Messaufbau ausschließlich mit polarisationserhaltenden (PM) Glasfasern, einem PM-Koppler sowie einer PM-fasergekoppelten Lichtquelle (SLED) realisiert. Der FBG-Temperatur-Sensor wurde in eine PM-Faser mit fs-Laserpulsen eingefügt und hatte eine Peak-Wellenlänge von $\lambda = 815 \text{ nm}$ (nicht sichtbar in Abbildung 5.14).

Aufnahme der temperaturabhängigen Signaturen

Um das spektrale Verhalten der Bragg-Gitter des optischen Siegels und des FBG bezüglich Temperaturänderungen zu überprüfen, wurden die Komponenten, wie beschrieben, kombiniert und in einer Klimakammer verschiedenen Temperaturen ausgesetzt. Hierbei wurden mehrere thermische Zyklen durchgeführt und gemessen, wobei die Temperaturen eines Zyklus zwischen $t = 10^\circ\text{C}$ und $t = 25^\circ\text{C}$ lagen. Die resultierenden Signaturen wurden an den Wendepunkten der Zyklen gemessen, als diese sich stabilisiert hatten.

In Abbildung 5.14 ist die optische Signatur, bestehend aus vier Bragg-Gittern innerhalb des Siegels, bei den Temperatur-Wendepunkten und zwei Messzyklen dargestellt. Das jeweilige Spektrum konnte dabei während verschiedenen Zyklen und gleichen Temperaturen reproduziert werden. Eine deutliche Änderung der Signatur kann bei verschiedenen Temperaturen beobachtet werden. Die Änderung der Wellenlängen-Position aller Peaks nimmt bei der Temperaturänderung von $\Delta t = 15^\circ\text{C}$ um etwa $\lambda = 0,1 \text{ nm}$ ($\pm 0,01 \text{ nm}$) zu. Die ersten beiden Peaks (BG1 und BG2) zeigten zusätzlich eine Zunahme der Amplitude um circa 10%, wobei die übrigen Peaks (BG3

und BG4) keine Amplitudenänderung zeigten. Die Linienform der Signale wurde nahezu beibehalten.

Leichte Unterschiede der Form der Peaks entstanden durch die begrenzte Auflösung des Spektrometers. Für eine experimentelle Untersuchung der thermischen Effekte wurde ein Gitter-Spektrometer mit einem optischen Gitter von 1800 l/mm von *StellarNet* verwendet (spektrale Breite: $\Delta\lambda = 80$ nm; Auflösung $A = 50$ pm; zentrale Wellenlänge $\lambda = 850$ nm).

Bei einer Erwärmung von $t = 15^\circ\text{C}$ auf $t = 25^\circ\text{C}$ wurde eine Rotverschiebung um $\Delta\lambda = 30$ pm gemessen.

Auswertung der aufgenommenen Signaturen

Für eine quantitative Analyse der Temperaturänderungen wurden die Original-Signatur und die aktuelle Messung miteinander verglichen. Hierzu wurden die spektralen Werte der Gitter bezüglich spezifischer Temperaturen gemessen und als Referenz in einer Datenbank hinterlegt.

Um die Signalformen besser vergleichen zu können, wurde der Formparameter F für einen paarweisen Vergleich (vorher/nachher) berechnet (Kapitel 5.3.5). Der Formparameter F berücksichtigt hierbei sowohl die Änderung der Linienform als auch eine Verschiebung der Amplituden.

Durch die Auswertung der Bragg-Gitter-Signaturen mit Hilfe des Formparameters F gelang es die thermischen Einflüsse auf die Signaturen zuverlässig zu erkennen. Somit können thermische Änderung von einer Manipulation unterschieden und Fehlalarme vermieden werden.

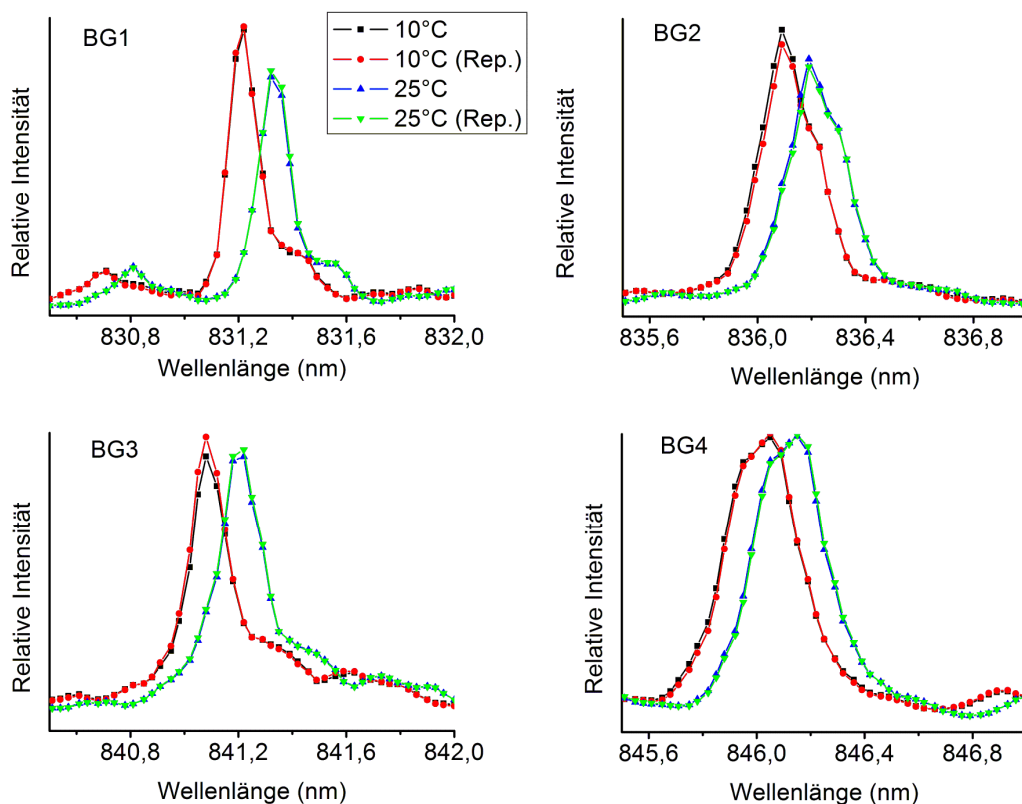


Abbildung 5.14 Reproduktion von BG-Signalen (BG1-4) eines optischen Siegels mit Temperaturen von $t = 10^\circ\text{C}$ und $t = 25^\circ\text{C}$. Rep.: Wiederholungsmessung.

5.3.11 Schlussfolgerungen: optische Siegel

Im Rahmen dieser Anwendung wurde gezeigt, dass die empfindlichen Bragg-Gitter-Wellenleiter der optischen Siegel in der Lage sind, kleinste Manipulationen aufzudecken. Durch die Untersuchung verschiedener Angriffsszenarien wurde in dieser Arbeit demonstriert, dass es nicht möglich ist optische Siegel unbemerkt zu beeinflussen oder zu umgehen. Dies stellt unter Beweis, dass optische Siegel in der Lage sind, äußerst hohe Sicherheitsanforderungen zu erfüllen.

Einer der Hauptvorteile von optischen Siegeln, neben der hohen Empfindlichkeit und der Erfüllung hoher Sicherheitsvorgaben, besteht in der einfachen Abfrage des Siegelstatus, der durch den Anschluss eines entfernten Auslesesystems über ein faseroptisches Interface erfolgen kann. Es ist daher nicht notwendig, den Behälter in dem sich ein sicherheitsrelevantes Objekt befindet, zu öffnen. Das Auswertesystem kann in nahezu beliebiger Entfernung zum Behälter betrieben werden, da sich optische Glasfasern für die Signalübertragung über große Distanzen eignen.

Die Arbeiten für dieses System wurden im Zuge eines Projektes in Kooperation mit *OHB System AG* realisiert, deren Ergebnisse in Thiel et al. [70] veröffentlicht wurden. Im Zuge dieser Arbeit konnten ein nationales und ein internationales Patent „Siegel und Verfahren zur Versiegelung“ [115,116] eingereicht werden. Weiterhin wird die entwickelte Siegel-Technologie in einem aktuellen Projekt „Optical Tamper Protection“ (OTP) in Kooperation mit *OHB System AG* eingesetzt.

6 Zusammenfassung

In der vorliegenden Arbeit wurde eine neuartige Methode für eine Funktionalisierung von optisch transparenten Materialien entwickelt. Im Unterschied zu bereits bekannten Techniken wo Wellenleiter und Bragg-Gitter durch ultrakurze Laserpulse in Material eingebracht werden, ermöglicht die hier geschaffene Methode ein wesentlich flexibleres Wellenleiter-Design. Erstmals werden hierbei sogenannte Wellenleiterbündel mit getrennt eingebrachten Bragg-Gitter-Strukturen kombiniert. Dies ermöglicht fortan den Wellenleiterdurchmesser und die Gitterordnung unabhängig voneinander einzustellen. Hierdurch wird eine große Anzahl an neuen sensorischen Anwendungen, in welchen die optischen Komponenten miniaturisiert werden können, ermöglicht. Diesbezüglich werden im Rahmen dieser Dissertation zwei sensorische Anwendungen vorgestellt, die auf den hier hervorgebrachten, funktionalisierten Glasmaterialien basieren.

In Kapitel 2 wurden zunächst grundlegende Erkenntnisse aus der Literatur wie Wechselwirkungsprozesse der Laserpulse mit transparenten amorphen und kristallinen Materialien zusammengefasst. Hierbei zeigt sich, dass die Ursache für eine Brechzahländerung in optisch transparentem Material auf eine Änderung der Materialdichte zurückzuführen ist [30]. In einem ersten Ansatz kann die Dichteänderung auf die Entstehung von Defekten zurück geführt und in einem zweiten, davon unabhängigen Ansatz kann diese Änderung durch eine Neuordnung innerhalb des Materials erklärt werden [29] [30].

Verschiedene in dieser Arbeit entwickelte Methoden zur Herstellung von fs-Laser funktionalisierten Materialien werden in Kapitel 3 vorgestellt. Es wurde ein hochpräziser Laser-Schreibstand aufgebaut, auf dem ein direktes Einschreiben in transparente Substratmaterialien möglich ist. Zur Einkopplung von Licht in die erzeugten Wellenleiter diente ein piezomechanischer Aufbau, mit dem Licht über Glasfasern in Wellenleiter eingekoppelt wird. Außerdem wurde eigens ein präziser und nahezu Schrumpffreier Fixierprozess entwickelt, der dazu dient, Glasfasern mit Proben dauerhaft zu verbinden.

Zur Analyse der Wellenleiter und Bragg-Gitter wurden verschiedene optische Methoden eingesetzt, beispielsweise zur Dämpfungsbestimmung und Messung der Bragg-Gitter-Effizienz (Kapitel 3.5).

Die Untersuchung von fs-Laser geschriebenen Wellenleiterstrukturen in verschiedenen optisch transparenten Materialien wird in Kapitel 4 behandelt. Hierzu wurde zu Beginn eine einfache Linienstruktur mit einem Schreib-Durchgang in Quarzglas erzeugt. Diese Struktur eignet sich nur zur Wellenleitung bis zu einer Wellenlänge von etwa $\lambda = 650$ nm. Hierdurch ergibt sich die Anforderung, den Wellenleiterdurchmesser zu erhöhen.

Für dieses Ziel wurde in einem ersten Ansatz der Versuch unternommen, den Durchmesser der Laser-Strahltaile durch eine größere Laserwellenlänge zu vergrößern. (Kapitel 4.1.2). Allerdings zeigten erste Ergebnisse bei einer Wellenlänge von

$\lambda = 1300$ nm, dass anstelle größerer Wellenleiterdurchmesser eine unerwünschte Filamentbildung stattfindet.

Ein anderer Ansatz, das Einschreiben sogenannter Wellenleiterbündel in synthetischem Quarzglas, führt schließlich zu Wellenleitern mit nahezu beliebig skalierbaren Durchmessern (Kapitel 4.1.3). Hierbei werden mehrere parallele Schreibdurchgänge zu einem rotationssymmetrischen Profil angeordnet. In Quarzglas (und AF32) wurden erstmals, zusätzlich zu den Wellenleiterbündeln, Bragg-Gitter für $\lambda = 840$ nm und $\lambda = 1550$ nm eingebracht (Kapitel 4.1.4). Hierdurch können spektrale Verluste in Transmissionsrichtung von >36 dB bei einer Wellenlänge von $\lambda = 1550$ nm erreicht werden. Die auf eine Einheitslänge normierte Reflektierte Bragg-Gitter-Dämpfung beträgt $\alpha \geq 16$ dB/cm. Die hierbei erreichte Reflektivität beträgt $\beta = 70\%$. Weiterhin wurde eine thermische Stabilität der Bragg-Gitter-Wellenleiter bis $t = 250^\circ\text{C}$ nachgewiesen.

In Kapitel 4.2 werden erste Ergebnisse von Wellenleitern in weiteren optisch transparenten Materialien vorgestellt. Bei der Bearbeitung von nanoporösem Borosilikat mit fs-Laserpulsen wurde eine Brechzahlerniedrigung im Laserfokus erzielt, die eine stressinduzierte Wellenleitung (Typ II) ermöglicht. Erste Ergebnisse von eingebrachten Wellenleitern in porösem Alkaliborsilikatglas (Porengröße $d = 2$ nm, *Boraident GmbH*) zeigen eine erfolgreiche Wellenleitung (Kapitel 4.2.2). Hierdurch wurde erstmals gezeigt, dass nanoporösem Material durch fs-Laser eingebrachte Wellenleiter eine neuartige Funktionalität hinzugefügt werden kann.

Wie das nanoporöse Borosilikat, zeigte auch das Volumenmaterial dieses Materialtyps eine negative Änderung des Brechungsindex im Bereich des Laserfokus. Durch zwei fs-Laserinduzierte Spuren (Bündelstrukturen mit einer Brechzahlerniedrigung) wurde eine stressinduzierte Lichtwellenleitung (Typ II- Wellenleiter) ermöglicht. Zudem war es möglich, durch die Spurengröße und -geometrie Einfluss auf die Effizienz der Wellenleitung zu nehmen. Im Rahmen dieser Arbeit wurde hiermit erstmals ein neuartiges Design von fs-Laser-erzeugten Doppelspuren vorgestellt, mit welchen die Lichtwellenleitung in Borosilikat optimiert wurde.

Zusätzlich zu den verschiedenen silikatischen Gläsern wurden auch Experimente mit Strontiumtitanat (*Crystal GmbH*) durchgeführt. Dieses Material ist besonders für Hochtemperatur-Anwendungen interessant. Für die Laserbearbeitung dieses Materials mussten vergleichsweise große Pulsenergien ($20\text{ }\mu\text{J}$) eingesetzt werden, um eine Brechzahländerung zu erreichen. Als Wellenleiterstruktur wurden in diesem Material eine Mantelstruktur mit einem erniedrigten Brechungsindex (Typ-III) eingebracht. Im Rahmen dieser Arbeit gelang es hierdurch erstmals fs-Lasergeschriebene Wellenleiter in Strontiumtitanat herzustellen (Kapitel 4.2.4).

Nachdem die f-Laser-Herstellung von Wellenleitern und Bragg-Gittern für die verschiedenen Materialien entwickelt wurde, konnten diese nun in verschiedenen Anwendungen eingesetzt werden. In Kapitel 4 werden mehrere Anwendungen vorgestellt, in welchen Materialien mit Hilfe der hier vorgestellten Laser-Einschreibetechnik funktionalisiert wurden. Zunächst wurden Kopplerelemente in Quarzglas eingebracht und optimiert. Diese Koppler wurden in einer weiteren Anwendung eingesetzt, um ein wellenleiterbasiertes Interferometer herzustellen. Damit gelang es, einen funktionalisierten Quarzchip herzustellen, mit dem die mechanische Bewegung

einer Mikrostimmgabel optisch ausgelesen werden kann. Die Mikrostimmgabel war Bestandteil einer photoakustischen Anwendung, deren Hintergrund in Kapitel 5.2 beschrieben ist. Im Rahmen dieser Anwendung konnte erstmals ein optisches Auslesen eines photoakustischen Signals an einer integrierten Mikrostimmgabel gezeigt werden.

In einer weiteren Anwendung wurde durch fs-Laserbearbeitung durch eine funktionalisierte Dünnglasfolie ein neuartiges optisches Siegel entwickelt. Die Aufgabe dieser Siegel besteht darin, sicherheitsrelevante Objekte vor unautorisiertem Zugriff zu schützen. Hierfür wurde eine durch fs-Laser eingebrachte spektrale Signatur mit Hilfe von Bragg-Gitter-Wellenleiter innerhalb des Siegels erzeugt. Diese individuellen Signaturen können mit Hilfe einer an der Seitenfläche des Siegels befestigten optischen Glasfaser und einem damit verbundenen Auslesesystem analysiert werden. Das Auslesesystem wurde eigens für die optischen Siegel angepasst, um eine optimale Identifikation der Signatur zu ermöglichen. Überdies wurden umfangreiche Untersuchungen zu verschiedenen Angriffsszenarien durchgeführt und geeignete Präventionsmaßnahmen umgesetzt. Es wurde gezeigt, dass eine Manipulation des Siegels oder eine Reproduktion dessen individueller spektraler Signatur nicht unbemerkt möglich ist.

Zusammenfassend gelang es im Zuge dieser Arbeit durch die Verwendung von fs-Laserpulsen in verschiedenen Materialien wie nanoporösem Borosilikat und Strontiumtitanat, erstmals Wellenleiter zu erzeugen. Zusätzlich wurden auch neuartige Designs von Wellenleiterbündeln in verschiedenen Materialien vorgestellt. In Quarzglas und AF32 wurde eine sensorische Funktionalisierung realisiert, indem eine neuartige Kombination von Wellenleiterbündeln und Bragg-Gittern entwickelt wurde. Die verschiedenen Techniken zur Funktionalisierung von Materialien eignen sich für industriennahe Aufgaben, insbesondere der Verkleinerung von optischen Komponenten im Bereich der Sensorik.

Literaturverzeichnis

- [1] K.M. Davis, K. Miura, N. Sugimoto, K. Hirao, Writing waveguides in glass with a femtosecond laser, *Optics Letters*. 21 (1996) 1729. doi:10.1364/OL.21.001729.
- [2] A. Martinez, M. Dubov, I. Khrushchev, I. Bennion, Direct writing of fibre Bragg gratings by femtosecond laser, *Electronics Letters*. 40 (2004) 1170. doi:10.1049/el:20046050.
- [3] G.D. Marshall, M. Ams, M.J. Withford, Direct laser written waveguide-Bragg gratings in bulk fused silica, *Optics Letters*. 31 (2006) 2690. doi:10.1364/OL.31.002690.
- [4] L. Shah, A. Arai, S. Eaton, P. Herman, Waveguide writing in fused silica with a femtosecond fiber laser at 522 nm and 1 MHz repetition rate, *Optics Express*. 13 (2005) 1999–2006. doi:10.1364/opex.13.001999.
- [5] H. Zhang, S.M. Eaton, J. Li, P.R. Herman, Femtosecond laser direct writing of multiwavelength Bragg grating waveguides in glass, *Optics Letters*. 31 (2006) 3495–3497.
- [6] M. Okrusch, S. Matthes, Oxide und Hydroxide, in: *Mineralogie - Eine Einführung in Die Spezielle Mineralogie, Petrologie Und Lagerstättenkunde*, 9th ed., Springer-Spektrum, 2014: pp. 103–115.
- [7] A.K. Varshneya, Chapter 5 - Glass compositions and structures, in: *Fundamentals of Inorganic Glasses*, 2nd ed., Society of Glass Technology, Sheffield [England], 2013: pp. 102–110.
- [8] S.R. Elliot, *Physics of Amorphous Materials*, 2nd ed., Longman Scientific & Technical ; New York : J. Wiley, 1990.
- [9] C. Kittel, *Einführung in die Festkörperphysik*, 14th ed., Oldenbourg Verlag, München Wien, 2006.
- [10] A.K. Varshneya, Chapter 2 - Fundamentals of the Glassy State, in: *Fundamentals of Inorganic Glasses*, 2nd ed., Society of Glass Technology, Sheffield [England], 2013: pp. 17–33.
- [11] K. Ueberreiter, C. Eingefrorene Flüssigkeiten (Gläser), in: L. Bergmann, C. Schaefer (Eds.), *Lehrbuch Der Experimentalphysik, Band IV Aufbau Der Materie*, de Gruyter, Berlin/New York, 1981: p. 939.
- [12] E. Riedel, C. Janiak, Kapitel 4.7.10.3 Technische Produkte: Gläser, in: *Anorganische Chemie*, de Gruyter, Berlin/New York, 2011: p. 963. doi:10.1007/978-3-540-69865-4.
- [13] J. Hachenberg, Sekundäre Relaxationen in amorphen Festkörpern, Dissertation, Georg-August-Universität zu Göttingen, 2006.
- [14] S. Spinner, A. Napolitano, Further Studies in the Annealing of a Borosilicate Glass, *Journal of Research A. Physics and Chemistry*. 70A (1966).
- [15] Suprasil® 1, Datenblatt (Heraeus Quarzglas GmbH & Co. KG). (2016). https://www.heraeus.com/media/media/hqs/doc_hqs/products_and_solution_s_8/optics/Daten_und_Eigenschaften_Quarzglas_fuer_die_Optik_DE.pdf.
- [16] Strontiumtitanat, Datenblatt (<https://Refractiveindex.info/>). (2018). <https://refractiveindex.info/>.

- [17] S.K. Sundaram, E. Mazur, Inducing and probing non-thermal transitions in semiconductors using femtosecond laser pulses, *Nature Materials*. 1 (2002) 217–224. doi:10.1038/nmat767.
- [18] L. Englert, Nanostrukturierung von Dielektrika mit geformten Femtosekunden-Laserpuls, Kassel University, 2013.
- [19] G. Pacchioni, Ab initio theory of point defects in oxide materials: structure, properties, chemical reactivity, *Solid State Sciences*. 2 (2000) 161–179. doi:10.1016/S1293-2558(00)00113-8.
- [20] C.B. Schaffer, A. Brodeur, E. Mazur, Laser-induced breakdown and damage in bulk transparent materials induced by tightly focused femtosecond laser pulses, *Measurement Science and Technology*. 12 (2001) 1784–1794. doi:10.1088/0957-0233/12/11/305.
- [21] R.R. Gattass, E. Mazur, Femtosecond laser micromachining in transparent materials, *Nature Photonics*. 2 (2008) 219–225. doi:10.1038/nphoton.2008.48.
- [22] Duden, Schülerduden Physik, 7th ed., Dudenverlag, Mannheim, 2010.
- [23] L. V. Keldysh, Ionization in the field of a strong electromagnetic wave, *Soviet Physics JETP*. 20 (1965) 1307–1314. doi:10.1234/12345678.
- [24] K. Itoh, W. Watanabe, S. Nolte, C.B. Schaffer, Ultrafast Processes for Bulk Modification of Transparent Materials, *MRS Bulletin*. 31 (2006) 620–625. doi:10.1557/mrs2006.159.
- [25] P.Y. Yu, M. Cardona, *Fundamentals of semiconductors: physics and materials properties*, 2005. doi:10.1007/978-3-642-00710-1.
- [26] F. Quéré, S. Guizard, P. Martin, G. Petite, O. Gobert, P. Meynadier, M. Perdrix, Ultrafast carrier dynamics in laser-excited materials: subpicosecond optical studies, *Applied Physics B: Lasers and Optics*. 68 (1999) 459–463. doi:10.1007/s003400050649.
- [27] M. Lenzner, J. Krüger, S. Sartania, Z. Cheng, C. Spielmann, G. Mourou, W. Kautek, F. Krausz, Femtosecond Optical Breakdown in Dielectrics, *Physical Review Letters*. 80 (1998) 4076–4079. doi:10.1103/PhysRevLett.80.4076.
- [28] K. Hirao, K. Miura, Writing waveguides and gratings in silica and related materials by a femtosecond laser, *Journal of Non-Crystalline Solids*. 239 (1998) 91–95. doi:10.1016/S0022-3093(98)00755-8.
- [29] S.S. Mao, F. Quéré, S. Guizard, X. Mao, R.E. Russo, G. Petite, P. Martin, Dynamics of femtosecond laser interactions with dielectrics, *Applied Physics A: Materials Science and Processing*. 79 (2004) 1695–1709. doi:10.1007/s00339-004-2684-0.
- [30] M. Beresna, M. Gecevičius, P.G. Kazansky, Ultrafast laser direct writing and nanostructuring in transparent materials, *Advances in Optics and Photonics*. 6 (2014) 293. doi:10.1364/AOP.6.000293.
- [31] P. Audebert, P. Daguzan, A. Dos Santos, J.C. Gauthier, J.P. Geindre, S. Guizard, G. Hamoniaux, K. Krastev, P. Martin, G. Petite, A. Antonetti, Space-time observation of an electron gas in SiO₂, *Physical Review Letters*. 73 (1994) 1990–1993. doi:10.1103/PhysRevLett.73.1990.
- [32] G. Petite, P. Daguzan, S. Guizard, P. Martín, P. Martin, Ultrafast Processes in Wide Bandgap Insulators, *Materials Science Forum*. 239–241 (1997) 555–560. doi:10.4028/www.scientific.net/MSF.239-241.555.
- [33] J.-C. Diels, W. Rudolph, *Ultrashort Laser Pulse Phenomena*, 2nd ed., Academic Press, Burlington, 2006. doi:10.1016/B978-012215493-5/50004-5.

-
- [34] S. Guizard, P. Martin, G. Petite, P. D'Oliveira, P. Meynadier, Time-resolved study of laser-induced colour centres in SiO₂, *Journal of Condensed Matter*. 8 (1996) 1281–1290. doi:10.1088/0953-8984/8/9/018.
- [35] A. Vasil'ev, Y. Fang, V. Mikhailin, Impact production of secondary electronic excitations in insulators: Multiple-parabolic-branch band model, *Physical Review B*. 60 (1999) 5340–5347. doi:10.1103/PhysRevB.60.5340.
- [36] H.-B. Sun, S. Juodkazis, M. Watanabe, S. Matsuo, H. Misawa, J. Nishii, Generation and Recombination of Defects in Vitreous Silica Induced by Irradiation with a Near-Infrared Femtosecond Laser, *The Journal of Physical Chemistry B*. 104 (2000) 3450–3455. doi:10.1021/jp992828h.
- [37] H.J. Fitting, V.S. Kortov, G. Petite, Ultra-fast relaxation of electrons in wide-gap dielectrics, *Journal of Luminescence*. 122–123 (2007) 542–545. doi:10.1016/j.jlumin.2006.01.188.
- [38] D. Wortmann, M. Ramme, J. Gottmann, Refractive index modification using fs-laser double pulses, *Optics Express*. 15 (2007) 10149. doi:10.1364/OE.15.010149.
- [39] H. Imai, K. Arai, H. Imagawa, H. Hosono, Y. Abe, Two types of oxygen-deficient centers in synthetic silica glass, *Physical Review B*. 38 (1988) 12772–12775. doi:10.1103/PhysRevB.38.12772.
- [40] P. Dekker, M. Ams, G.D. Marshall, D.J. Little, M.J. Withford, Annealing dynamics of waveguide Bragg gratings: evidence of femtosecond laser induced colour centres., *Optics Express*. 18 (2010) 3274–3283. doi:10.1364/OE.18.003274.
- [41] J.W. Chan, T.R. Huser, S.H. Risbud, D.M. Krol, Modification of the fused silica glass network associated with waveguide fabrication using femtosecond laser pulses, *Applied Physics A: Materials Science & Processing*. 76 (2003) 367–372. doi:10.1007/s00339-002-1822-9.
- [42] J.W. Chan, T. Huser, J.S. Hayden, S.H. Risbud, D.M. Krol, Fluorescence Spectroscopy of Color Centers Generated in Phosphate Glasses after Exposure to Femtosecond Laser Pulses, *Journal of the American Ceramic Society*. 85 (2002) 1037–1040. doi:10.1111/j.1151-2916.2002.tb00219.x.
- [43] L. Skuja, Optically active oxygen-deficiency-related centers in amorphous silicon dioxide, *Journal of Non-Crystalline Solids*. 239 (1998) 16–48. doi:10.1016/S0022-3093(98)00720-0.
- [44] A. Zoubir, C. Rivero, R. Grodsky, K. Richardson, M. Richardson, T. Cardinal, M. Couzi, Laser-induced defects in fused silica by femtosecond IR irradiation, *Physical Review B - Condensed Matter and Materials Physics*. 73 (2006). doi:10.1103/PhysRevB.73.224117.
- [45] S. Juodkazis, M. Watanabe, H.-B. Sun, S. Matsuo, J. Nishii, H. Misawa, Optically induced defects in vitreous silica, *Applied Surface Science*. 154–155 (2000) 696–700. doi:10.1016/S0169-4332(99)00430-4.
- [46] A. Pasquarello, R. Car, Identification of Raman Defect Lines as Signatures of Ring Structures in Vitreous Silica, *Physical Review Letters*. 80 (1998) 5145–5147. doi:10.1103/PhysRevLett.80.5145.
- [47] A. Kubota, M.J. Caturla, J. Stolken, M. Feit, Densification of fused silica due to shock waves and its implications for 351 nm laser induced damage., *Optics Express*. 8 (2001) 611–616. doi:10.1364/OE.8.000611.

- [48] A. Ródenas, A.K. Kar, High-contrast step-index waveguides in borate nonlinear laser crystals by 3D laser writing, *Optics Express*. 19 (2011) 17820–17833. doi:10.1364/OE.19.017820.
- [49] M. Will, Ultrakurzpulsinduzierte Brechzahlmodifikationen in transparenten Festkörpern, Dissertation, Physikalisch-astronomische Fakultät, Friedrich-Schiller-Universität Jena, 2004.
- [50] A. Rousse, C. Rischel, S. Fourmaux, I. Uschmann, S. Sebban, G. Grillon, P. Balcou, E. Förster, J.P. Geindre, P. Audebert, J.C. Gauthier, D. Hulin, Non-thermal melting in semiconductors measured at femtosecond resolution, *Nature*. 410 (2001) 65–68. doi:10.1038/35065045.
- [51] F. Chen, J.R.V. de Aldana, Optical waveguides in crystalline dielectric materials produced by femtosecond-laser micromachining, *Laser and Photonics Reviews*. 8 (2014) 251–275. doi:10.1002/lpor.201300025.
- [52] A. Kubota, M.-J. Caturla, L. Davila, J. Stolken, B. Sadigh, A. Quong, A. Rubenchik, M.D. Feit, Structural modifications in fused silica due to laser damage induced shock compression, in: *Proceedings of SPIE - The International Society for Optical Engineering*, 2002. doi:10.1117/12.461717.
- [53] M. Sakakura, M. Terazima, Y. Shimotsuma, K. Miura, K. Hirao, Observation of pressure wave generated by focusing a femtosecond laser pulse inside a glass, *Optics Express*. 15 (2007) 5674–5686. doi:10.1364/OE.15.005674.
- [54] D. Ashkenasi, G. Müller, A. Rosenfeld, R. Stoian, I. V. Hertel, N.M. Bulgakova, E.E.B. Campbell, Fundamentals and advantages of ultrafast micro-structuring of transparent materials, *Applied Physics A: Materials Science & Processing*. 77 (2003) 223–228. doi:10.1007/s00339-003-2143-3.
- [55] W.J. Reichman, J.W. Chan, C.W. Smelser, S.J. Mihailov, D.M. Krol, Spectroscopic characterization of different femtosecond laser modification regimes in fused silica, *Journal of the Optical Society of America B*. 24 (2007) 1627. doi:10.1364/JOSAB.24.001627.
- [56] A. Martinez, M. Dubov, I. Khrushchev, I. Bennion, Photoinduced modifications in fiber gratings inscribed directly by infrared femtosecond irradiation, *IEEE Photonics Technology Letters*. (2006). doi:10.1109/LPT.2006.884883.
- [57] L. Sudrie, M. Franco, B. Prade, A. Mysyrowicz, Writing of permanent birefringent microlayers in bulk fused silica with femtosecond laser pulses, *Optics Communications*. 171 (1999) 279–284. doi:10.1016/S0030-4018(99)00562-3.
- [58] Y. Shimotsuma, P.G. Kazansky, J. Qiu, K. Hirao, Self-Organized Nanogratings in Glass Irradiated by Ultrashort Light Pulses, *Physical Review Letters*. 91 (2003) 247405. doi:10.1103/PhysRevLett.91.247405.
- [59] P.G. Kazansky, H. Inouye, T. Mitsuyu, K. Miura, J. Qiu, K. Hirao, F. Starrost, Anomalous Anisotropic Light Scattering in Ge-Doped Silica Glass, *Physical Review Letters*. 82 (1999) 2199. doi:10.1103/PhysRevLett.82.2199.
- [60] R. Osellame, G. Cerullo, R. Ramponi, *Femtosecond Laser Micromachining*, Springer Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2012. doi:10.1007/978-3-642-23366-1.
- [61] C. Hnatovsky, R.S. Taylor, E. Simova, P.P. Rajeev, D.M. Rayner, V.R. Bhardwaj, P.B. Corkum, Fabrication of microchannels in glass using focused femtosecond laser radiation and selective chemical etching, *Applied Physics A-Materials Science & Processing*. 84 (2006) 47–61. doi:10.1007/s00339-006-3590-4.

- [62] C.B. Schaffer, J.F. García, E. Mazur, Bulk heating of transparent materials using a high-repetition-rate femtosecond laser, *Applied Physics A: Materials Science and Processing*. 76 (2003) 351–354. doi:10.1007/s00339-002-1819-4.
- [63] S. Eaton, H. Zhang, P. Herman, F. Yoshino, L. Shah, J. Bovatsek, A. Arai, Heat accumulation effects in femtosecond laser-written waveguides with variable repetition rate., *Optics Express*. 13 (2005) 4708–4716. doi:10.1364/OPEX.13.004708.
- [64] V. Apostolopoulos, L. Laversenne, T. Colomb, C. Depeursinge, R.P. Salathé, M. Pollnau, R. Osellame, G. Cerullo, P. Laporta, Femtosecond-irradiation-induced refractive-index changes and channel waveguiding in bulk Ti³⁺: Sapphire, *Applied Physics Letters*. 85 (2004) 1122–1124. doi:10.1063/1.1781737.
- [65] T. Gorelik, M. Will, S. Nolte, A. Tünnemann, U. Glatzel, Transmission electron microscopy studies of femtosecond laser induced modifications in quartz, *Applied Physics A: Materials Science & Processing*. 76 (2003) 309–311. doi:10.1007/s00339-002-1813-x.
- [66] A. Okhrimchuk, V. Mezentsev, A. Shestakov, I. Bennion, Low loss depressed cladding waveguide inscribed in YAG:Nd single crystal by femtosecond laser pulses., *Optics Express*. 20 (2012) 3832–43. doi:10.1364/OE.20.003832.
- [67] R. Osellame, S. Taccheo, M. Marangoni, R. Ramponi, P. Laporta, D. Polli, S. De Silvestri, G. Cerullo, Femtosecond writing of active optical waveguides with astigmatically shaped beams, *Journal of the Optical Society of America B*. 20 (2003) 1559. doi:10.1364/JOSAB.20.001559.
- [68] R. Osellame, V. Maselli, R. Martinez Vazquez, R. Ramponi, G. Cerullo, Integration of optical waveguides and microfluidic channels both fabricated by femtosecond laser irradiation, *Applied Physics Letters*. 90 (2007). doi:10.1063/1.2747194.
- [69] Y. Nasu, M. Kohtoku, Y. Hibino, Low-loss waveguides written with a femtosecond laser for flexible interconnection in a planar light-wave circuit, *Optics Letters*. 30 (2005) 723. doi:10.1364/OL.30.000723.
- [70] M. Thiel, G. Flachenecker, W. Schade, C. Gorecki, A. Thoma, R. Rathje, Planar ultra thin glass seals with optical fiber interface for monitoring tamper attacks on security eminent components, *Optics and Lasers in Engineering*. (2017) 89–98.
- [71] G. Brown, R.R. Thomson, A.K. Kar, N.D. Psaila, H.T. Bookey, Ultrafast laser inscription of Bragg-grating waveguides using the multiscan technique, *Optics Letters*. 37 (2012) 491. doi:10.1364/OL.37.000491.
- [72] G.D. Marshall, A. Politi, J.C.F. Matthews, P. Dekker, M. Ams, M.J. Withford, J.L. O'Brien, Laser written waveguide photonic quantum circuits, *Optics Express*. 17 (2009) 646–649. doi:10.1364/OE.17.012546.
- [73] J. Burghoff, S. Nolte, A. Tünnemann, Origins of waveguiding in femtosecond laser-structured LiNbO₃, *Applied Physics A: Materials Science and Processing*. 89 (2007) 127–132. doi:10.1007/s00339-007-4152-0.
- [74] R. Osellame, M. Lobino, N. Chiodo, M. Marangoni, G. Cerullo, R. Ramponi, H.T. Bookey, R.R. Thomson, N.D. Psaila, A.K. Kar, Femtosecond laser writing of waveguides in periodically poled lithium niobate preserving the nonlinear coefficient, *Applied Physics Letters*. 90 (2007). doi:10.1063/1.2748328.

-
- [75] D. Choudhury, J.R. Macdonald, A.K. Kar, Ultrafast laser inscription: perspectives on future integrated applications, *Laser & Photonics Reviews*. 846 (2014) n/a-n/a. doi:10.1002/lpor.201300195.
- [76] M. Heinrich, K. Rademaker, S. Nolte, Waveguides in crystalline materials, *Topics in Applied Physics*. 123 (2012) 295–313. doi:10.1007/978-3-642-23366-1_11.
- [77] C. Zhang, N. Dong, J. Yang, F. Chen, J.R. Vázquez de Aldana, Q. Lu, Channel waveguide lasers in Nd:GGG crystals fabricated by femtosecond laser inscription., *Optics Express*. 19 (2011) 12503–12508. doi:10.1364/OE.19.012503.
- [78] S. Müller, T. Calmano, P. Metz, N.-O. Hansen, C. Kränkel, G. Huber, Femtosecond-laser-written diode-pumped Pr:LiYF₄ waveguide laser, *Optics Letters*. 37 (2012) 5223. doi:10.1364/OL.37.005223.
- [79] A.G. Okhrimchuk, A. V Shestakov, I. Khrushchev, J. Mitchell, Depressed cladding, buried waveguide laser formed in a YAG:Nd³⁺ crystal by femtosecond laser writing., *Optics Letters*. 30 (2005) 2248–2250. doi:10.1364/OL.30.002248.
- [80] S. Gross, M.J. Withford, Ultrafast-laser-inscribed 3D integrated photonics: Challenges and emerging applications, *Nanophotonics*. 4 (2015) 332–352. doi:10.1515/nanoph-2015-0020.
- [81] Y. Jia, N. Dong, F. Chen, J.R. Vázquez de Aldana, S. Akhmadaliev, S. Zhou, Continuous wave ridge waveguide lasers in femtosecond laser micromachined ion irradiated Nd:YAG single crystals, *Optical Materials Express*. 2 (2012) 657–662. doi:10.1364/OME.2.000657.
- [82] H. Sun, F. He, Z. Zhou, Y. Cheng, Z. Xu, K. Sugioka, K. Midorikawa, Fabrication of microfluidic optical waveguides on glass chips with femtosecond laser pulses, *Optics Letters*. 32 (2007) 1536–1538. doi:10.1364/OL.32.001536.
- [83] F. Träger, *Springer Handbook of Lasers and Optics*, 2nd ed., Springer-Verlag, Berlin Heidelberg, 2012. doi:10.1007/978-3-642-19409-2.
- [84] C. Hirlimann, Pulsed Optics, in: C. Rullière (Ed.), *Femtosecond Laser Pulses Principles and Experiments*, 2nd ed., Springer, New York, 2005: pp. 25–56.
- [85] J.-C. Diels, W. Rudolph, *Ultrashort Sources II: Examples*, 2nd ed., Academic Press, Burlington, 2006. doi:10.1016/B978-012215493-5/50007-0.
- [86] M. Wollenhaupt, A. Assion, T. Baumert, Measurement Techniques for Femtosecond Laser Pulses, in: F. Träger (Ed.), *Handbook of Lasers and Optics*, 2nd ed., Springer-Verlag, Berlin Heidelberg, 2007: pp. 962–984.
- [87] C. Florea, K.A. Winick, Fabrication and characterization of photonic devices directly written in glass using femtosecond laser pulses, *Journal of Lightwave Technology*. 21 (2003) 246–253. doi:10.1109/JLT.2003.808678.
- [88] Y. Okamura, S. Yoshinaka, S. Yamamoto, WG Measuring mode propagation losses of integrated optical waveguides: a simple method., *Applied Optics*. 22 (1983) 3892. doi:10.1364/AO.22.003892.
- [89] R. Hunsperger, Radiation Loss from Curved Channel Waveguides, in: *Integrated Optics, Theory and Technology*, 6th ed., Springer, New York, 2009: pp. 117–120.
- [90] J.E. Goell, Loss mechanisms in dielectric waveguides, in: Barnoski M.K. (Ed.), *Introduction to Integrated Optics*, Plenum, New York, 1974: p. 118.
- [91] E.G. Neumann, W. Richter, Sharp bends with low losses in dielectric optical waveguides., *Applied Optics*. 22 (1983) 1016–22. doi:10.1364/AO.22.001016.

- [92] F. Mitschke, *Fiber Optics: Physics and Technology*, Springer-Verlag, Berlin Heidelberg, 2009. doi:10.1007/978-3-642-03703-0.
- [93] E. Grimm, W. Nowak, *Lichtwellenleitertechnik*, 1st ed., VEB Verlag Technik, Berlin, 1988.
- [94] Panda PM Speciality Optical Fibers, Datasheet (Corning Inc.). (2014). [https://www.corning.com/media/worldwide/csm/documents/PANDA PM and RC PANDA Specialty Fiber.pdf](https://www.corning.com/media/worldwide/csm/documents/PANDA_PM_and_RC_PANDA_Specialty_Fiber.pdf).
- [95] D. Kühlke, *Optik Grundlagen und Anwendungen*, 1. Auflage, Verlag Harri Deutsch, Thun und Frankfurt am Main, 1998.
- [96] H.S. F. Pedrotti, L. Pedrotti, Werner Bausch, *Optik Eine Einführung*, 2. Ausgabe, Prentice Hall Verlag GmbH, 1996.
- [97] P.J. Scully, A. Baum, D. Liu, P. Walter, Effect of Self-Focusing, in: R. Osellame, G. Cerullo, R. Ramponi (Eds.), *Femtosecond Laser Micromachining*, Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, 2012: pp. 336–347.
- [98] M. Thiel, G. Flachenecker, W. Schade, Femtosecond laser writing of Bragg grating waveguide bundles in bulk glass, *Optics Letters*. 40 (2015) 1266–1269. <http://ol.osa.org/abstract.cfm?URI=ol-40-7-1266>.
- [99] H.B. Zhang, S.M. Eaton, P.R. Herman, Single-step writing of Bragg grating waveguides in fused silica with an externally modulated femtosecond fiber laser, *Optics Letters*. 32 (2007) 2559–2561. doi:10.1364/OL.32.002559.
- [100] AF32® eco Zusammensetzung, Datenblatt (Schott AG). (2015). [http://www.schott.com/d/advanced_optics/8f30bbe1-c332-4165-9616-f9d585a5cb65/AF32® eco_SDS_DE_V5_201505.pdf?tenant=ao-cert](http://www.schott.com/d/advanced_optics/8f30bbe1-c332-4165-9616-f9d585a5cb65/AF32®_eco_SDS_DE_V5_201505.pdf?tenant=ao-cert).
- [101] AF 32® Thin Glass, Datenblatt. (2013). http://www.schott.com/advanced_optics/german/download/index.html.
- [102] Boraident GmbH, (2017). <http://boraglas.de/index.php?pid=5&state=page&action=default>.
- [103] Boraident GmbH, Produktinformation, (2014). <http://www.boraglas.de/content/documents/ProduktinformationCPG.pdf>.
- [104] A. Inayat, B. Reinhardt, H. Uhlig, W.-D. Einicke, D. Enke, Silica monoliths with hierarchical porosity obtained from porous glasses, *Chem. Soc. Rev.* 42 (2013) 3753–3764. doi:10.1039/C2CS35304K.
- [105] Brorofloat33 Zusammensetzung, Datenblatt (Schott AG). (2018). http://www.schott.com/d/borofloat/b2c50cc4-74a1-4c31-8af3-c7de01877182/1.0/borofloat33_gen_eng_web.pdf.
- [106] H. Ma, J. Levy, M.D. Biegalski, S. Trolier-Mckinstry, D.G. Schlom, Room-temperature electro-optic properties of strained SrTiO₃ films grown on DyScO₃, *Journal of Applied Physics*. 105 (2009). doi:10.1063/1.3042238.
- [107] M. Köhring, 5.5 Integrierte photoakustische Sensorik, in: *Mikrostimmgabel-Chip-Photoakustik: Der Weg Zum Optisch Integrierten Gassensor*; Dissertation, Fakultät für Natur- und Materialwissenschaften der Technischen Universität Clausthal, Clausthal Zellerfeld, 2016: pp. 67–78.
- [108] A.A. Kosterev, Y.A. Bakhirkin, R.F. Curl, F.K. Tittel, Quartz-enhanced photoacoustic spectroscopy., *Optics Letters*. 27 (2002) 1902–1904. doi:10.1364/OL.27.001902.

- [109] H.-J. Eichler, H. Gobrecht, D. Hahn, H. Niedrig, M. Richter, H. Schoenebeck, K.W. Horst Weber, VII, 10. Erzeugung von kohärentem Licht - Laser, in: H. Gobrecht (Ed.), *Lehrbuch Der Experimentalphysik*, 7th ed., Walter de Gruyter, Berlin, New York, 1978: pp. 810–843.
- [110] R.G. Johnston, Tamper-Indicating Seals for Nuclear Disarmament and Hazardous Waste Management, *Science & Global Security*. 9 (2001) 93–112.
- [111] F. Rizzo, M. Barboni, L. Faggion, G. Azzalin, M. Sironi, Improved security for commercial container transports using an innovative active RFID system, *Journal of Network and Computer Applications*. 34 (2011) 846–852. doi:10.1016/j.jnca.2010.04.006.
- [112] A.K. Aggarwal, S.K. Kaura, D.P. Chhachhia, A.K. Sharma, Concealed moiré pattern encoded security holograms readable by a key hologram, *Optics & Laser Technology*. 38 (2006) 117–121. doi:10.1016/j.optlastec.2004.10.010.
- [113] K.J. Alvine, J.D. Suter, B.E. Bernacki, W.D. Bennett, Optically resonant subwavelength films for tamper-indicating tags and seals, in: E.M. Carapezza (Ed.), *Proc. of SPIE*, 2015: p. 94560C. doi:10.1117/12.2177160.
- [114] L. Cozzella, C. Simonetti, G. Schirripa Spagnolo, Drug packaging security by means of white-light speckle, *Optics and Lasers in Engineering*. 50 (2012) 1359–1371. doi:10.1016/j.optlaseng.2012.05.016.
- [115] OHB System AG Fraunhofer-Gesellschaft e.V., Nationale Patentanmeldung: Siegel und Verfahren zur Versiegelung, DE 10 2016 203 007 A1 2017.08.31, 2016.
- [116] OHB System AG Fraunhofer-Gesellschaft e.V., Internationale Patentanmeldung: Siegel und Verfahren zur Versiegelung, PCT/EP2017/053771, 2017.

{Citation style: Elsevier (numeric, with titles)}

Eidesstattliche Erklärung

Hiermit erkläre ich an Eides statt, dass ich die bei der Fakultät für Natur- und Materialwissenschaften der Technischen Universität Clausthal eingereichte Dissertation selbständig und ohne unerlaubte Hilfe verfasst und die benutzten Hilfsmittel vollständig angegeben habe.

Goslar, den 14.02.2018

Danksagung

Nach der Fertigstellung dieser Dissertation bedanke ich mich recht herzlich bei allen Menschen, die zum Gelingen meiner Arbeit beigetragen haben.

Mein größter Dank gilt an erster Stelle Herrn Prof. Dr. Wolfgang Schade. Er ermöglichte es mir an der Technischen Universität Clausthal sowie dem Fraunhofer HHI jeweils am Standort Goslar zu arbeiten und zu forschen. Außerdem bedanke ich mich für die Möglichkeit der Erstellung dieser Dissertation sowie vieler hilfreicher Anregungen und das entgegengebrachte Vertrauen der vergangenen Jahre.

Meinem Vorgesetzten und Mentor Dr. Günter Flachenecker danke ich sehr herzlich für die exzellente und freundschaftliche Zusammenarbeit, viele fruchtbare Fachgespräche und seine Ratschläge, die zum Erfolg dieser Arbeit beitrugen. Ich vermisse die vertrauensvolle und angenehme Arbeitsatmosphäre schon jetzt.

Für die Übernahme des Zweitgutachtens danke ich Herrn Prof. Dr. Joachim Deubener. Meinen herzlichen Dank für das Korrekturlesen richte ich an Frau Dr. Ulrike Willer und Herrn Dr. Gottfried Römer.

Eine Vielzahl an Menschen tragen bei der Erstellung einer solchen Arbeit stets zur Überwindung kleinerer und größerer Herausforderungen bei. An dieser Stelle bedanke ich mich bei Dr. Wolfgang Schippers und Alexander Döhring für ihre besondere Hilfsbereitschaft sowie bei Torben Lüddecke für die Herstellung von feinmechanischen Spezialanfertigungen. Auch allen anderen Kolleginnen und Kollegen, die hier nicht genannt wurden, danke ich an dieser Stelle für die gute Zusammenarbeit.

An meinen Freund Dr. Christian Lehmann richte ich meinen herzlichen Dank für seine fachliche Unterstützung und sein offenes Ohr, das ich auch noch zu später Stunde beanspruchen durfte.

Meiner Schwiegermutter Bhartiben Sharma danke ich ganz besonders für Ihre unermüdliche Einsatzbereitschaft bei der Betreuung meiner beiden Kinder Julian und Florentin.

Vielen Dank auch an meinen Vater Walter Thiel für seine Unterstützung.

Schlussendlich richte ich ein ganz herzliches Dankeschön an meine Frau Priya Thiel, welche mir nicht nur den Rücken frei hielt, sondern diesen auch stärkte und mich in vielerlei Hinsicht unterstützte.